
présentée devant l'Université de Nancy I
pour obtenir le grade de Docteur ès-Sciences Appliquées
par

Licencié ès-Sciences Appliquées
Maître ès-Sciences

M. le Professeur	R. FAIVRE	Président
M. le Doyen	J. AUBRY	Examineurs
M. le Doyen	A. BERNANOSE	
	M. G. BECK	
	M. A. SIMON	
	M. P. DETREZ	Invité

N° d'enregistrement du Centre de Documentation du C.N.R.S. A.O. 8017

THÈSE

CONCEPTION ET RÉALISATION D'UN DILATOMÈTRE DE FAIBLE INERTIE POUR L'ÉTUDE CINÉTIQUE DES TRANSFORMATIONS STRUCTURALES

présentée devant l'Université de Nancy I
pour obtenir le grade de Docteur ès-Sciences Appliquées
par

BERNARD MIGNOT

Licencié ès-Sciences Appliquées
Maître ès-Sciences

Soutenue le 29 Décembre 1972 devant la commission d'examen

JURY

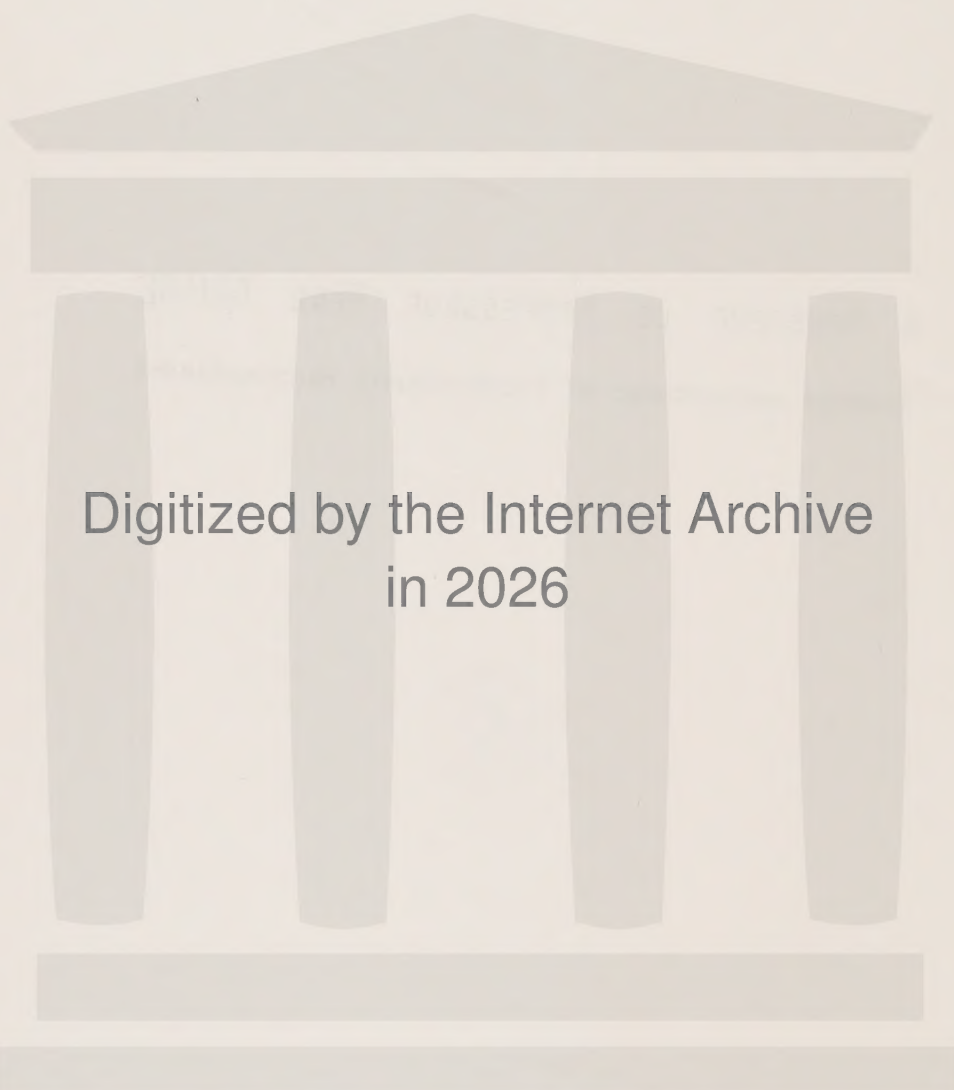
M. le Professeur R. FAIVRE	Président
M. le Doyen J. AUBRY	} Examineurs
M. le Doyen A. BERNANOSE	
M. G. BECK	
M. A. SIMON	
M. P. DETREZ	Invité

1972



A MONSIEUR LE PROFESSEUR RENÉ FAIVRE

Hommage respectueux et profondément reconnaissant



Digitized by the Internet Archive
in 2026

A MA FEMME

A MON FILS

A MES PARENTS

A MES BEAUX PARENTS

PLAN

INTRODUCTION

CHAPITRE I - CHOIX ET MISE EN OEUVRE DES TECHNIQUES D'ETUDE

I.1 - Choix d'une méthode d'étude

- I.1.1 La microscopie
- I.1.2 La mesure des propriétés mécaniques
- I.1.3 L'analyse par diffraction des rayons X
- I.1.4 La résistivité
- I.1.5 La thermomagnétimétrie
- I.1.6 La thermodilatométrie

I.2 - Principe des dilatomètres

- I.2.1 La mesure optique directe
- I.2.2 Mesure à l'aide d'une méthode mécanique directe
- I.2.3 L'amplification optique
- I.2.4 L'amplification mécanique
- I.2.5 L'amplification électronique
- I.2.6 Dilatométrie différentielle
- I.2.7 Le relevé des résultats

CHAPITRE II - PRINCIPE ET REALISATION DU DILATOMETRE

II.1- Principe et conception du dilatomètre

II.2- Réalisation du dilatomètre

- II.2.1 Le four principal : son mouvement
- II.2.2 Les fours annexes et le système de refroidissement
- II.2.3 L'enceinte étanche
- II.2.4 Les supports échantillons

- II.2.5 Les éprouvettes
- II.2.6 Les capteurs de déplacement
- II.2.7 La mesure de la température
- II.2.8 Le vide et ses fonctions
- II.2.9 Le convertisseur de signaux

- II.2.9.1 L'alimentation
 - II.2.9.2 L'oscillateur
 - II.2.9.3 Le démodulateur
 - II.2.9.4 L'amplificateur différentiel
 - II.2.9.5 Les sorties

- II.2.10 L'enregistrement

CHAPITRE III - CARACTERISTIQUES ET PRECISIONS DES MESURES

III.1 Les mesures de longueur

III.1.1 La précision des résultats des mesures de longueur

- III.1.1.1 L'oscillateur
 - III.1.1.2 Les capteurs
 - III.1.1.3 Le démodulateur
 - III.1.1.4 L'amplificateur

III.1.2 Réponse de l'ensemble des mesures de longueur

- III.1.2.1 Réponse en fréquence
 - III.1.2.2 Précision absolue des mesures de longueur
 - III.1.2.3 Précision des mesures dans les conditions d'emploi du dilatomètre
 - III.1.2.4 Reproductibilité des résultats obtenus en dilatométrie différentielle isotherme
 - III.1.2.5 Reproductibilité des résultats obtenus en dilatométrie absolue en température variable
 - III.1.2.6 Sensibilité de mesure des variations de longueur en dilatométrie différentielle

III.1.3 Conclusions

III.2 Les performances thermiques

III.2.1 Mise en température d'austénitisation des échantillons

III.2.2 Refroidissement et mise en température constante des échantillons

- III.2.2.1 Cas des tubes en silice
 - III.2.2.2 Cas des étriers

III.2.3 Cas du refroidissement continu

- III.2.3.1 Cas des tubes en silice
 - III.2.3.2 Cas des étriers

III.2.4 Précision des mesures de température

III.2.4.1 Température de l'éprouvette

*III.2.4.2 Echange de chaleur entre le couple
thermoélectrique et l'éprouvette*

CHAPITRE IV - LES RESULTATS EXPERIMENTAUX

IV.1 Aspect des courbes

IV.1.1 Transformation de l'austénite à température constante

IV.1.2 Courbe dilatométrique obtenue en température lentement croissante ou décroissante

IV.2 Détermination expérimentale des temps et températures de début et de fin de transformations

IV.2.1 Transformation à température constante

IV.2.2 Transformation poursuivie en température variable

IV.2.2.1 Détermination des températures de début et de fin de transformation

IV.2.2.2 Détermination des temps de début et de fin de transformation

IV.3 Comparaison des résultats obtenus en thermodilatométrie absolue et en thermodilatométrie différentielle

IV.3.1 Transformation en température constante

IV.3.2 Transformation en température variable

CHAPITRE V - EXEMPLES DE DETERMINATION DE LA TEMPERATURE DU POINT M_s DE DEBUT DE TRANSFORMATION MARTENSITIQUE DES ACIERS

V .1 Méthode d'étude

V .2 Influence de la température d'austénitisation

V.2.1 Cas d'un acier contenant 1 % de carbone et 1,25 % de chrome

V.2.2 Cas d'un acier contenant 1,9 % de carbone et 13 % de chrome

V.2.3 Cas d'un acier à outils

V .3 Influence d'une transformation partielle de l'austénite sur la température du point M_s

V.3.1 Cas d'un acier contenant 1,9 % de carbone et 13 % de chrome

V.3.2 Cas d'un acier contenant 1 % de carbone et 1,25 % de chrome

V.4 Détermination de la température du point M_s de différents aciers

V.4.1 Cas d'un acier contenant 1 % de carbone

V.4.2 Transformation martensitique de l'austénite résiduelle après un revenu à basse température

V.4.3 Détermination de la température M_s d'une austénite post-bainitique

CHAPITRE IV - CINÉTIQUES DE TRANSFORMATIONS D'AUSTÉNITES ENRICHIES EN CARBONE ET EN AZOTE EN PHASE GAZEUSE PAR CARBONITRURATION

VI.1 Adaptation des techniques expérimentales au cas de l'étude des couches carbonitrurées

VI.1.1 Prélèvement des échantillons

VI.1.2 Carbonituration des éprouvettes

VI.1.3 Protection des éprouvettes contre la dénitruration

VI.2 Tracé des courbes TTT_c

VI.2.1 Etude préliminaire de la trempabilité

VI.2.2 Principe du tracé de la courbe TTT_c

VI.3 Facteurs influençant la transformation de l'austénite en refroidissement continu

VI.3.1 Influence de la teneur en carbone et en azote

VI.3.2 Influence de la température d'austénitisation

VI.3.3 Température du point M_s de début de la transformation martensitique

VI.3.4 Conclusions

VI.4 Cinétique de transformation des couches carbonitrurées en température constante

VI.4.1 Essai de séparation des cinétiques de transformations locales

VI.4.1.1 *Forme des éprouvettes*

VI.4.1.2 *Résultats*

VI.4.2 Tracé d'une courbe TTT isotherme

CONCLUSIONS

BIBLIOGRAPHIE

BIBLIOGRAPHIE DES DILATOMETRES

INTRODUCTION

Seule la parfaite maîtrise des facteurs qui contrôlent les phénomènes métallurgiques peut permettre leur étude approfondie.

En particulier, les transformations structurales des alliages sont presque toujours obtenues par un traitement thermique, au cours duquel on fait varier la température de l'échantillon en fonction du temps. Les lois imposées peuvent comprendre des variations rapides de la température.

Très tôt on a songé à détecter les transformations et à mesurer leur avancement par les changements de volume qu'elles provoquent. C'est l'effet qui est utilisé en dilatométrie.

Pour simplifier les phénomènes, les premières études sur les cinétiques de transformation ont été poursuivies en suivant les modifications structurales à température constante.

Ces techniques n'auraient pas permis d'étudier avec une précision satisfaisante les transformations d'alliages dans les conditions où elles se produisent presque toujours en réalité, c'est-à-dire en refroidissement continu. L'accomplissement de cette étude exige en effet un bon contrôle de la thermique tant en ce qui concerne la réalisation de toute une variété de lois de refroidissement que la précision des mesures en mode variable.

La connaissance précise de la cinétique des transformations revêt une importance sur laquelle il est inutile de revenir. Notons néanmoins qu'elle présente l'intérêt de donner accès aux mécanismes intimes des transformations, mais aussi, sur un plan appliqué, elle permet de bien contrôler le processus de traitement donc les propriétés mécaniques des alliages.

Pour étudier les cinétiques complexes de transformations que présente, par exemple, la surface de pièces ayant subi des traitements thermochimiques, il était d'abord indispensable de disposer d'une technique très performante aussi bien sur le plan des traitements thermiques réalisables que sur celui de la précision des mesures. C'est pourquoi, après l'étude bibliographique approfondie des techniques dilatométriques, nous avons été amené à concevoir un nouveau dilatomètre, faisant actuellement l'objet d'une demande de brevet par l'Association Nationale de Valorisation de la Recherche (ANVAR) et que nous avons construit au Laboratoire de Métallurgie de l'Institut Polytechnique de Nancy, dirigé par Monsieur le Professeur René FAIVRE

Nous exprimons notre reconnaissance la plus vive à notre Maître, Monsieur le Professeur René FAIVRE, pour l'intérêt qu'il a porté à ce travail et pour les conseils et les encouragements qu'ils nous a prodigués au cours de cette étude.

Nous tenons à remercier Monsieur le Doyen André BERNANOSE pour la bienveillance et la compréhension qu'il a toujours montrées à notre égard ainsi que pour sa participation à notre jury d'examen. Nous le prions de bien vouloir accepter l'expression de notre respectueuse reconnaissance.

Nous adressons nos plus vifs remerciements à Monsieur le Doyen Jacques AUBRY qui a bien voulu nous faire l'honneur d'examiner notre travail et faire partie de notre jury d'examen.

Nous n'aurons garde d'oublier dans nos remerciements Monsieur P. DETREZ, Chef de division des Aciers au C.T.I.F., Président de la Commission Internationale des Aciers moulés, pour sa participation à la constitution de notre jury.

Que Messieurs Gérard BECK et André SIMON trouvent ici tous nos remerciements pour l'amical soutien qu'ils nous ont toujours apporté au cours

de cette étude.

Nous exprimons toute notre reconnaissance envers l'Institut de Recherche de la Sidérurgie (I.R.S.I.D.) qui a soutenu une partie de notre travail.

C'est à la Société PEUGEOT et en particulier à Monsieur LALLEMENT, Directeur du Laboratoire du centre de production de Mulhouse que nous devons d'avoir pu poursuivre une étude qui met bien en évidence les performances de notre dilatomètre. Qu'il soit remercié de l'aide et de l'intérêt constant qu'il a porté à notre travail.

Nous remercions également tous nos camarades du laboratoire, Chercheurs et Techniciens et plus particulièrement Madame Jacqueline NOBLE, Monsieur Jean-Charles CHEVRIER, Monsieur Léon HENNINGER, Monsieur Bernard COLLERET et Monsieur Guy DIDIER pour l'amitié et l'aide qu'ils nous ont toujours accordées.

CHAPITRE I

CHOIX ET MISE EN OEUVRE DES TECHNIQUES D'ETUDE

Pour étudier la cinétique de transformation d'un alliage métallique, on peut faire appel à des méthodes appartenant à deux catégories.

- La première concerne les méthodes directes qui consistent à observer la structure et font donc appel aux techniques métallographiques.

- La seconde catégorie comprend les méthodes indirectes fondées sur le fait, que toute transformation dans un alliage se traduit par des variations de ses propriétés physiques. On accède le plus souvent à la cinétique de la transformation en mesurant les variations d'une des propriétés sensibles à la structure. On fait donc appel à une méthode d'étude indirecte, bien souvent complétée par l'observation métallographique, en particulier dans les domaines où l'interprétation des résultats obtenus à l'aide des méthodes indirectes devient trop délicate pour conduire à des résultats exploitables.

Les propriétés physiques sensibles à la structure retenues pour effectuer les études de cinétique, comprennent essentiellement les propriétés mécaniques de l'alliage, sa structure cristalline, sa résistivité électrique, ses propriétés magnétiques et sa densité.

Nous nous proposons d'examiner rapidement les avantages présentés par la mesure de chacune de ces propriétés pour déterminer la cinétique des transformations puis de définir leurs limites d'emploi.

I.1 - CHOIX D'UNE METHODE D'ETUDE

I.1.1 La microscopie

Les transformations structurales qui résultent de l'apparition d'une nouvelle phase sont décelables par observation au microscope optique ou électronique. A titre d'exemple, Greninger et Trojano (1) ont appliqué cette technique à la détermination de la température du point de début de transformation martensitique M_s .

Citons aussi la méthode de Liedholm (2) utilisée pour le tracé des courbes TTT_c (transformation-température-temps en refroidissement continu). L'auteur propose d'interrompre le refroidissement d'éprouvettes Jominy préalablement austénitisées et d'en observer la structure au microscope optique.

Ces méthodes, fondées sur la micrographie, nécessitent un grand nombre d'essais qui consomment une grande quantité d'éprouvettes. De plus, il n'est pas toujours aisé de distinguer les différents constituants et d'en apprécier le pourcentage. La méthode de Liedholm présente également l'inconvénient de restreindre le nombre des lois de refroidissement réalisables puisque la massivité de l'éprouvette n'autorise pas de refroidissements rapides.

I.1.2 La mesure des propriétés mécaniques

La mesure des macro et micro duretés est l'essai mécanique le plus facile à mettre en oeuvre bien que ses résultats ne soient pas directement interprétables.

Cette méthode utilisée, en général, conjointement à la microscopie, n'est pas suffisamment sensible pour servir seule à la détection de faibles taux de transformation. Elle ne permet pas non plus la détermination précise de la nature et du pourcentage des phases ou des constituants apparus. Nous serons cependant amené à faire appel à cette technique pour compléter les résultats obtenus par d'autres méthodes.

I.1.3 L'analyse par diffraction des rayons X

La cinétique d'apparition d'une phase nouvelle peut être étudiée à l'aide de la diffraction des rayons X. Son principal inconvénient réside dans la nécessité d'avoir recours à des mesures de longue durée. Il n'est possible de suivre directement en fonction du temps et de la température, les transformations structurales d'un alliage que lorsque les cinétiques mises en jeu sont lentes. En revanche, dans le cas de cinétiques rapides, les échantillons ne peuvent être étudiés que de manière différée dans le temps, par exemple après une trempe.

Bien que donnant des résultats plus précis, cette technique présente, pour la poursuite d'une étude cinétique, les mêmes inconvénients que l'observation au microscope.

I.1.4 La résistivité

Cette méthode d'étude est d'un emploi très délicat. Les résultats sont souvent difficiles à interpréter car elle présente l'inconvénient d'être sensible à des phénomènes secondaires tels que l'état d'écrouissage du métal ou la présence d'impuretés.

I.1.5 La thermomagnétométrie

Elle se prête bien, grâce à sa sensibilité à la détermination de la température de transformation et à la mesure de son taux d'avancement dans le cas où la substance étudiée est ferromagnétique.

Cette méthode a été utilisée par Nagler et Wood (3) pour l'étude des transformations en condition isotherme et par Chapman et Jominy (4) pour l'étude des transformations en refroidissement continu. Cependant, elle est inutilisable à des températures qui dépassent le point de Curie de la phase étudiée. Elle est très sensible aux phénomènes secondaires tels que la présence d'impuretés,

l'état de cristallisation ou même à des facteurs extérieurs tels que les phénomènes d'induction produits par le bobinage des résistances de four. Au point de vue technique, la présence de pièces polaires dans les zones chaudes oblige l'utilisateur à prendre de nombreuses précautions.

I.1.6 La thermodilatométrie

C'est sur cette technique que nous avons fondé notre méthode expérimentale.

Rappelons qu'elle consiste à mesurer les variations dimensionnelles d'une éprouvette résultant d'une transformation qui se poursuit soit à une température donnée, soit dans un domaine de température. C'est le cas des transformations allotropiques des métaux purs et des transformations de phases dans le cas des alliages.

La thermodilatométrie s'applique à tous les matériaux, magnétiques ou non. Sa mise en oeuvre est généralement facile et sa sensibilité excellente. Elle permet non seulement de mettre en évidence et d'étudier les transformations qui provoquent d'importantes variations de densité, mais également, surtout si l'on utilise la méthode différentielle, elle permet l'étude de phénomènes se traduisant par de faibles variations de longueur.

Les phénomènes qui gênent souvent les mesures des propriétés mécaniques, électriques et magnétiques ont une influence minime sur la dilatation et ne risquent pas de masquer les faits principaux. Des mesures dilatométriques obtenues avec une technique dont la sensibilité est convenable, permettent même de les étudier.

L'analyse thermodilatométrique permet l'analyse quantitative. En effet, considérons un alliage de coefficient de dilatation cubique λ_x contenant x % en volume d'un constituant a ayant un coefficient de dilatation λ_a et $(1 - x)$ % d'un constituant b possédant un coefficient de dilatation cubique λ_b .

Lorsque la température varie, la variation de volume de l'alliage est égale à la somme des variations de volume de chaque constituant pris isolément.

La variation de volume étant liée directement au coefficient de dilatation cubique, on peut écrire :

$$\lambda_x = \lambda_a \frac{x}{100} + \lambda_b \frac{100 - x}{100}$$

d'où

$$x = 100 \frac{\lambda_x - \lambda_b}{\lambda_a - \lambda_b} \quad (1)$$

Nous pouvons relier le coefficient de dilatation cubique au coefficient de dilatation linéaire moyen α .

Soit V_0 et V , L_0 et L , les volumes et les longueurs avant et après une variation de température égale à $\Delta\theta$. Nous avons :

$$V = V_0 [1 + \lambda \Delta\theta]$$

$$L = L_0 [1 + \alpha \Delta\theta]$$

et

$$\frac{V}{V_0} = \left(\frac{L}{L_0} \right)^3$$

d'où

$$1 + \lambda \Delta\theta = (1 + \alpha \Delta\theta)^3$$

$$\lambda = 3\alpha + 3\alpha^2 \Delta\theta + \alpha^3 \Delta\theta^2$$

en négligeant les termes en α^2 et α^3 nous avons $\lambda = 3\alpha$

La relation (1) devient :

$$x = 100 \frac{\alpha_x - \alpha_b}{\alpha_a - \alpha_b}$$

Nous pouvons donc dire que la pente de la courbe dilatométrique est représentative des proportions des constituants de l'alliage.

Ceci n'est pas toujours vérifié ; dans le cas de structures orientées, constituées par un empilement alterné de lamelles de coefficients de dilatation différents, on observe l'apparition de contraintes qui modifient la loi de dilatation. De ce fait, elle n'est plus linéaire. C'est le cas par exemple dans des alliages ayant subi des opérations de laminage.

Cependant, malgré tous ses avantages, une étude par analyse thermodilatométrique doit s'appuyer sur des moyens complémentaires tels que la micrographie optique ou électronique, la mesure de la dureté ainsi que la diffraction des rayons X ou des électrons, pour permettre de déterminer la cinétique des phénomènes qui se déroulent dans l'alliage.

II.2 - PRINCIPE DES THERMODILATOMETRES

La dilatométrie trouve son origine en 1750 lorsque Bouguer suspendit, sous le Dôme des Invalides, un long fil de métal fixé à l'extrémité d'une lunette visant une mire lointaine sur laquelle étaient tracés des repères équidistants. L'autre extrémité était reliée à un bâti au moyen d'une articulation qui permettait à la lunette de pivoter dans le plan vertical lorsque le fil était soumis à des variations de longueur consécutives à des variations de température.

Le nombre de repères ayant défilé devant le réticule de la lunette permettait la mesure de l'influence de la température sur la longueur du fil.

Lavoisier et Laplace, puis Angström, Fizeau, Le Châtelier, Benedicks ont imaginé les méthodes modernes de la dilatométrie.

I.2.1 La mesure optique directe

C'est une des méthodes les plus anciennes. Deux repères sont gravés sur l'éprouvette et visés à l'aide d'une lunette. Cette technique ne présente plus d'intérêt actuellement, sauf pour les mesures à haute température (5 - 6) où la présence d'un système de palpéage peut provoquer le fluage de l'échantillon.

I.2.2 Mesure à l'aide d'une méthode mécanique directe

Les variations de longueur sont transmises directement à un comparateur mécanique ou hydraulique (7 - 8). Cette méthode, malheureusement peu précise, se prête mal à l'enregistrement continu.

La nécessité de mettre en évidence des phénomènes auxquels correspondent de faibles variations de longueur a conduit à la création de dilatomètres possédant un système d'amplification optique, mécanique ou électronique.

I.2.3 L'amplification optique

Elle est fondée sur la création de franges d'interférences par deux plaques transparentes et optiquement planes faisant entre-elles un petit angle. Les variations de longueur de l'échantillon modifient l'écartement entre les deux plaques et déplacent le système de franges d'interférences (9).

Une variante de ce système utilise la formation d'anneaux de Newton (10). Ce type de dilatomètre optique permet une très grande précision et une très grande sensibilité puisqu'il peut déceler des variations de longueurs de l'ordre de $200 \text{ \AA}$. Son utilisation est cependant délicate. Il est surtout utilisé pour des matériaux qui possèdent de faibles coefficients de dilatation, tels que les verres ou les céramiques.

I.2.4 L'amplification mécanique

Les premières réalisations ont été conçues en utilisant le principe du bras de levier. C'est Chévenard (11), qui avec son système à trépied a proposé le premier une méthode qui permet d'obtenir directement et simultanément la température et les variations de longueur de l'échantillon. Le principe du trépied Chévenard est trop connu pour qu'il soit utile de le rappeler.

Il faut citer également le dilatomètre de Bollerath (12) qui utilise le trépied de Chévenard mais où les variations de longueur de l'échantillon sont transmises par un dispositif mécanique conçu pour limiter les risques de fluage à chaud.

I.2.5 L'amplification électronique

Les progrès de l'électronique ont permis la création et le développement de nouvelles méthodes de mesure.

Les variations de longueur sont transmises à un transducteur. Celui-ci peut appartenir à l'un des trois types principaux suivants :

- les jauges de contraintes (13)
- les capteurs inductifs de déplacement (14)
- les capteurs capacitifs (15)

L'avantage de ces derniers réside dans l'absence de système mécanique de liaison entre le capteur et le poussoir qui transmet les variations de longueur de l'échantillon.

I.2.6 Dilatométrie différentielle

La dilatométrie différentielle, lorsqu'elle est associée aux techniques précédemment citées, apporte une meilleure sensibilité, donc la possibilité de mettre en évidence des phénomènes qui se traduisent par de faibles variations de longueur.

Elle consiste à mesurer la différence de longueur entre l'échantillon et un témoin. Si ce dernier a un coefficient de dilatation égal à celui de l'éprouvette, les variations de longueur dues à des transformations sont les seules à apparaître sur la courbe expérimentale.

On isole ainsi les variations de longueur dues aux transformations, de celles qui sont dues à la dilatation du métal lorsque la température varie.

C'est Chévenard (11) qui, grâce à son trépied optique a réalisé le premier dilatomètre différentiel, dans lequel l'étalon a deux fonctions : il permet la mesure de la température et de la différence de longueur entre l'échantillon et lui-même.

L'étalon ne doit, bien entendu, pas présenter d'anomalies de dilatation dans le domaine de température étudié.

Pour les aciers, il est constitué par un alliage de type pyros (Cr 8 %, W 4 %, Mn 3 %, Fe 3 %, Ni 82 %) qui présente un coefficient de dilatation intermédiaire entre celui du fer α et celui du fer γ (de $12,57 \cdot 10^{-6}$ à $21,24 \cdot 10^{-6}$ pour une variation de température de 0 à 1000°C.)

L'utilisation de la méthode différentielle pour mesurer de simples variations de longueur nécessite que soit réalisée l'égalité des températures du pyros et de l'échantillon. Ceci n'est pas actuellement réalisable quand la température varie rapidement. Les mesures sont donc effectuées soit en régime isotherme, soit en température variant lentement, de 2 à 3°C/mm. Cependant, s'il s'agit de déterminer les températures de début ou de fin de transformation, la méthode différentielle permet d'isoler presque complètement les phénomènes et autorise ainsi le repérage précis des températures.

I.2.7 Le relevé des résultats

Au relevé point par point des températures et des longueurs s'est substitué, très rapidement, l'enregistrement automatique. Les appareils à amplification optique ont recours à l'enregistrement photométrique.

L'enregistrement mécanique est surtout utilisé avec les appareils à amplification mécanique. Grâce à sa simplicité, l'ensemble est très robuste, mais assez peu sensible. Ce type d'appareil est surtout réservé au contrôle industriel.

L'enregistrement photographique, associé au trépied Chévenard, permet d'obtenir directement la courbe de variations de la longueur en fonction de la température. Cette méthode présente l'inconvénient de ne pas permettre le contrôle permanent de la courbe enregistrée. De plus, le traitement photographique des papiers photosensibles peut entraîner un retrait préjudiciable à la précision de la mesure.

L'association d'enregistreurs XY et Xt aux dilatomètres munis de transducteurs électroniques, permet de tracer les courbes de variations de longueur en fonction du temps ou de la température. Il est généralement possible de modifier, à tout instant de l'expérience, le taux d'amplification, ainsi que le centrage de la courbe, ou encore le traitement appliqué à l'échantillon puisque les transformations sont décelées dès qu'elles se produisent.

CHAPITRE II

PRINCIPE ET REALISATION DU DILATOMETRE

II.1 - PRINCIPE ET CONCEPTION DU DILATOMETRE

La mise en évidence de faibles taux de transformation et surtout leur mesure, tant en température constante qu'en température variable, imposent un certain nombre d'impératifs pour le choix et la disposition des différents éléments du dilatomètre, compte-tenu du fait que nous ne pouvions faire appel qu'à des solutions simples et surtout peu onéreuses tout en préservant les qualités de sensibilité et de précision.

La dilatométrie différentielle permet des mesures sensibles, la dilatométrie absolue permet la mesure des variations de longueur avec une bonne précision. Le passage d'une méthode à l'autre doit donc pouvoir s'effectuer de façon simple et instantanée.

Dans ce but, le montage dilatométrique est constitué de deux supports placés côte à côte sur lesquels reposent l'échantillon et l'étalon. Les variations de longueur V sont décelées par deux capteurs inductifs de déplacement reliés aux éprouvettes par des tiges-poussoirs. Ce type de transducteur a été choisi en raison de sa sensibilité et de sa réponse présentant une bonne linéarité pour un grand déplacement.

Un système de commutation permet soit, en dilatométrie différentielle, d'opposer les forces électromotrices induites issues de ces capteurs,

soit, en dilatométrie absolue, de ne considérer que les tensions issues du capteur correspondant à l'échantillon.

Pour étudier les transformations qui se produisent lors de traitements thermiques rapides, tels que la trempe en milieu liquide, ainsi que les transformations à basse température, qui nécessitent l'emploi de gaz liquéfiés, nous avons été conduit à choisir pour l'ensemble dilatométrique une disposition verticale. Ceci permet, en outre, d'améliorer la sensibilité de l'appareil. En effet, les frottements des tiges-poussoirs sont moindres dans ce cas que dans celui d'une disposition horizontale. Grâce à la gravité, il n'est pas nécessaire d'avoir recours à un système mécanique de rappel pour maintenir le contact entre l'échantillon et le poussoir.

Pour éliminer les perturbations dues à son oxydation, l'échantillon est placé dans une enceinte étanche dans laquelle on peut réaliser le vide, ou introduire une atmosphère neutre ou contrôlée. Les capteurs sont également situés dans cette enceinte.

Cette disposition a pour avantage de ne pas nécessiter, pour les tiges-poussoir, la présence de passages étanches générateurs de frottements ou de fuites. En revanche, il n'est pas possible de réaliser de dilatométrie en introduisant dans l'enceinte dilatométrique des gaz pouvant réagir avec les matériaux constitutifs du capteur. Nous pensons en particulier à l'utilisation de l'ammoniac dans le cas d'expériences sur des éprouvettes nitrurées ou carbonitrurées.

Notre attention s'est portée également sur la nature du matériau employé pour les supports échantillons et les tiges-poussoirs. Devant résister aux chocs thermiques, ils doivent avoir une bonne tenue mécanique dans un domaine de température compris entre -196°C et 1100°C et posséder un coefficient de dilatation continu qui reste faible par rapport à celui des métaux étudiés.

La silice, que de nombreux auteurs avaient déjà choisie, répond bien à ces exigences puisque son coefficient de dilatation est de $0,55 \cdot 10^{-6}$ soit environ 1/50 de celui des aciers. L'alumine frittée peut permettre l'extension

du domaine d'utilisation jusqu'à 1500°C environ.

La température de l'échantillon est mesurée de façon continue à l'aide d'un couple thermoélectrique. Enfin, les forces électromotrices représentatives de la température et des variations de longueur de l'éprouvette sont amplifiées, puis enregistrées.

II.2 - REALISATION DU DILATOMETRE

Le dilatomètre est constitué de deux parties mécaniquement indépendantes (*figure 1*) :

- Un bâti (A) supporte les fours et les bacs de traitement thermique, le système de vide ou de mise sous atmosphère contrôlée, les systèmes de mesure et l'unité de commande (D).
- Une structure verticale supporte le système dilatométrique (B) et le protège des vibrations. Cet ensemble comprend les capteurs de déplacement, l'échantillon, le pyros et leurs supports. Le tout est placé dans une enceinte étanche, refroidie dans sa partie médiane par une circulation d'eau.

II.2.1 Le four principal : son mouvement

Le four est muni d'un tube laboratoire de 65 mm de diamètre et 200 mm de hauteur. Un disque horizontal A (*figure 2*) percé en son centre au diamètre du tube laboratoire est fixé par trois ressorts à une dizaine de centimètres au-dessus du four. Ce dispositif sert de support à une gaine D. Lorsque le four est en position haute, cette gaine vient se fixer par dépression sous l'enceinte dilatométrique et protège les éprouvettes contre l'oxydation. Les ressorts évitent le contact brutal entre l'enceinte dilatométrique et le disque lorsque le four vient se placer en position haute, pendant la période de chauffage des éprouvettes.

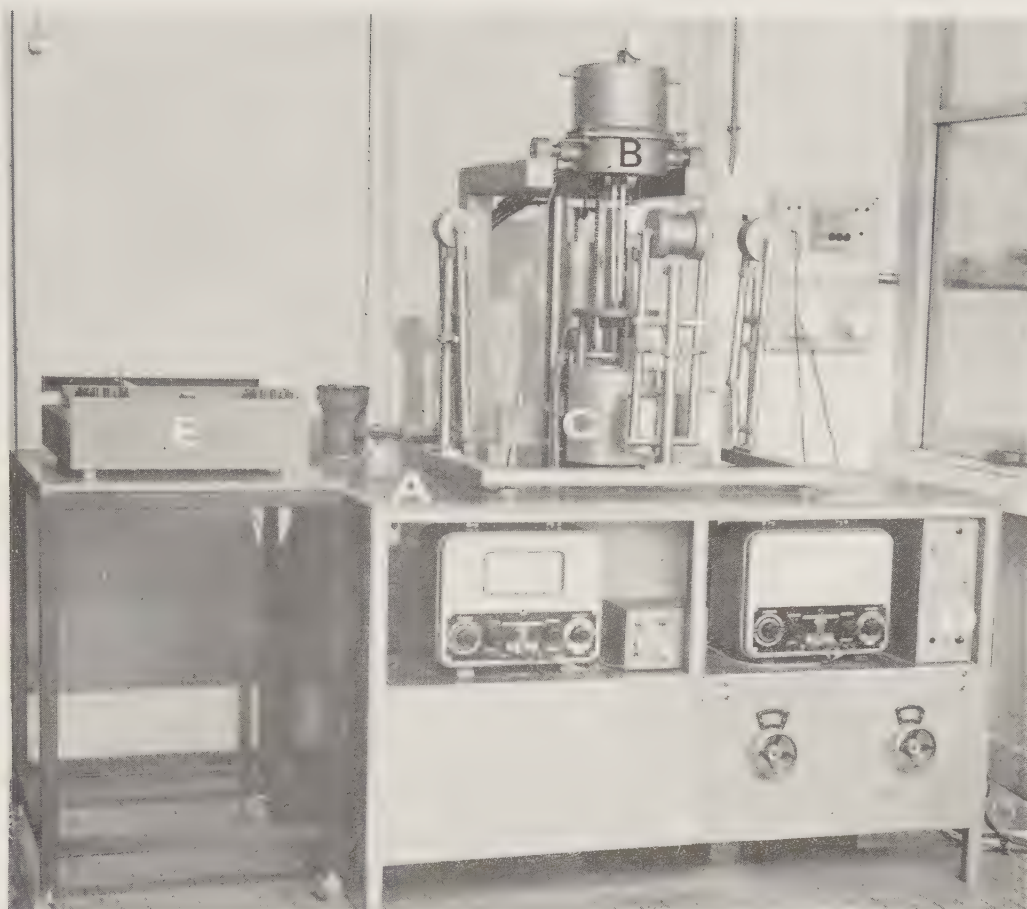


FIGURE 1

Vue d'ensemble du dilatomètre

- A - Bâti*
- B - Système dilatométrique*
- C - Four principal*
- D - Unité de commande*
- E - Enregistreur*

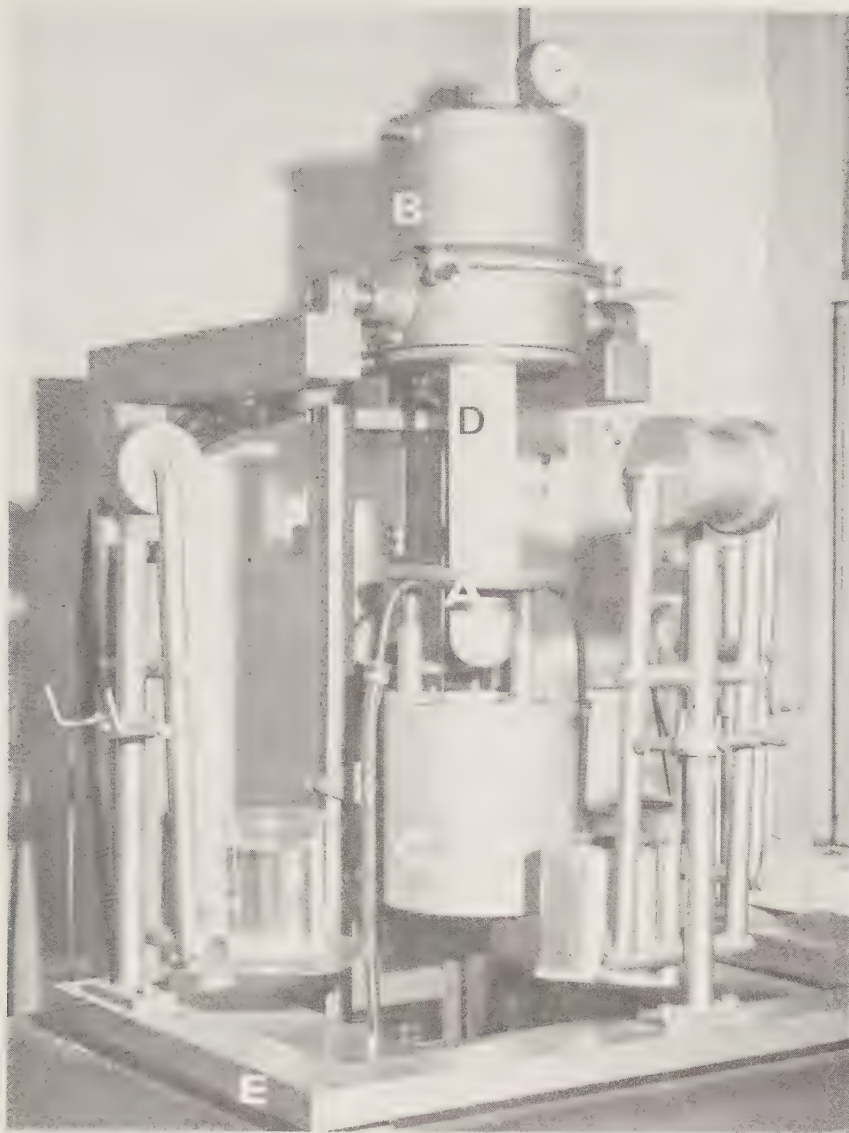


FIGURE 2

Four principal

*Mise en place de la gaine protectrice
autour des échantillons*

A - Disque support

B - Enceinte dilatométrique

C - Four principal

D - Gaine

*E - Support de l'ensemble des bacs et
fours annexes*

Le four peut s'escamoter rapidement en descendant jusqu'à la base du bâti pour ne pas gêner les manipulations ultérieures. Il est fixé sur un chariot (*figure 3*) qui se déplace verticalement le long de deux rails soudés au centre de la partie arrière du bâti. La liaison entre le chariot et les rails est assurée par des roulements à bille.

Une chaîne (c) dont les extrémités sont reliées d'une part au chariot et, d'autre part, à un contre-poids (h) passe sur un pignon denté (b) situé à l'aplomb des rails. Ce pignon est monté sur une roue à cliquet de manière à ce que la montée du four (e) soit libre. A la descente, le four entraîne un tambour (a) muni d'un frein. Le contre-poids, muni d'un joint torique, joue également le rôle d'un piston. Il se déplace à l'intérieur d'un tube (j) dans lequel on peut faire le vide (k). Sous l'action de la pression atmosphérique, le contre-poids descend en donnant au four un mouvement ascendant. Un interrupteur de fin de course coupe l'alimentation de l'électrovanne qui sépare la pompe à vide du tube et immobilise le mouvement du four qui est maintenu à la hauteur des éprouvettes à l'aide du verrouillage (m) du frein à tambour.

Le tube comporte, à sa partie inférieure, une vanne (i) qui permet la communication entre le tube et l'atmosphère ambiante. La vanne est en position fermée lors de la montée et de l'arrêt du four. Le déverrouillage de frein à tambour provoque l'ouverture de la vanne et la descente du four par gravité.

Une came (g) commandée par le passage du chariot lors de la descente, actionne le frein par l'intermédiaire d'un câble fixe (f). Le mouvement du four est alors arrêté de façon très progressive.

II.2.2 Les fours annexes et le système de refroidissement

Un dispositif E (*figure 2*) permettant de réaliser des traitements thermiques divers est fixé au bâti, autour du puits de circulation du four principal. Il est constitué par trois plaques support pouvant recevoir des fours creusets contenant des bains métalliques, des bacs de trempe ou un distributeur de gaz sous pression. Chacune des plaques support est fixée à un

FIGURE 3

Schéma des organes de mouvement du four principal

- a - Tambour de frein*
- b - Roue à cliquet munie d'un pignon denté*
- c - Chaîne*
- d - Rails de guidage*
- e - Four*
- f - Fixation du câble de commande du frein*
- g - Came de commande du frein*
- h - Contrepoids*
- i - Vanne*
- j - Tube à dépression*
- k - Prise du vide*
- l - Commande du frein*
- m - Verrouillage*

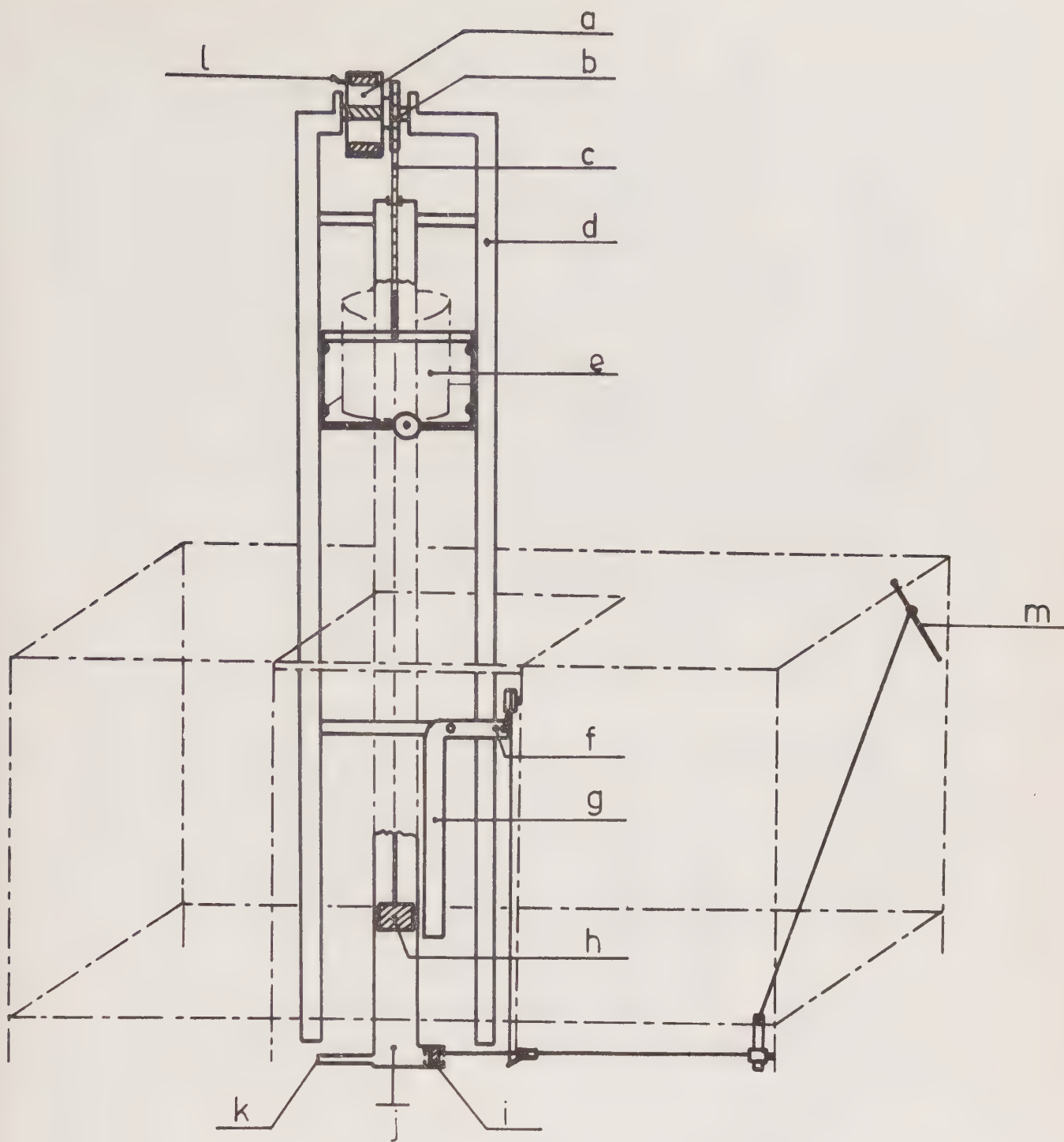


FIGURE 3

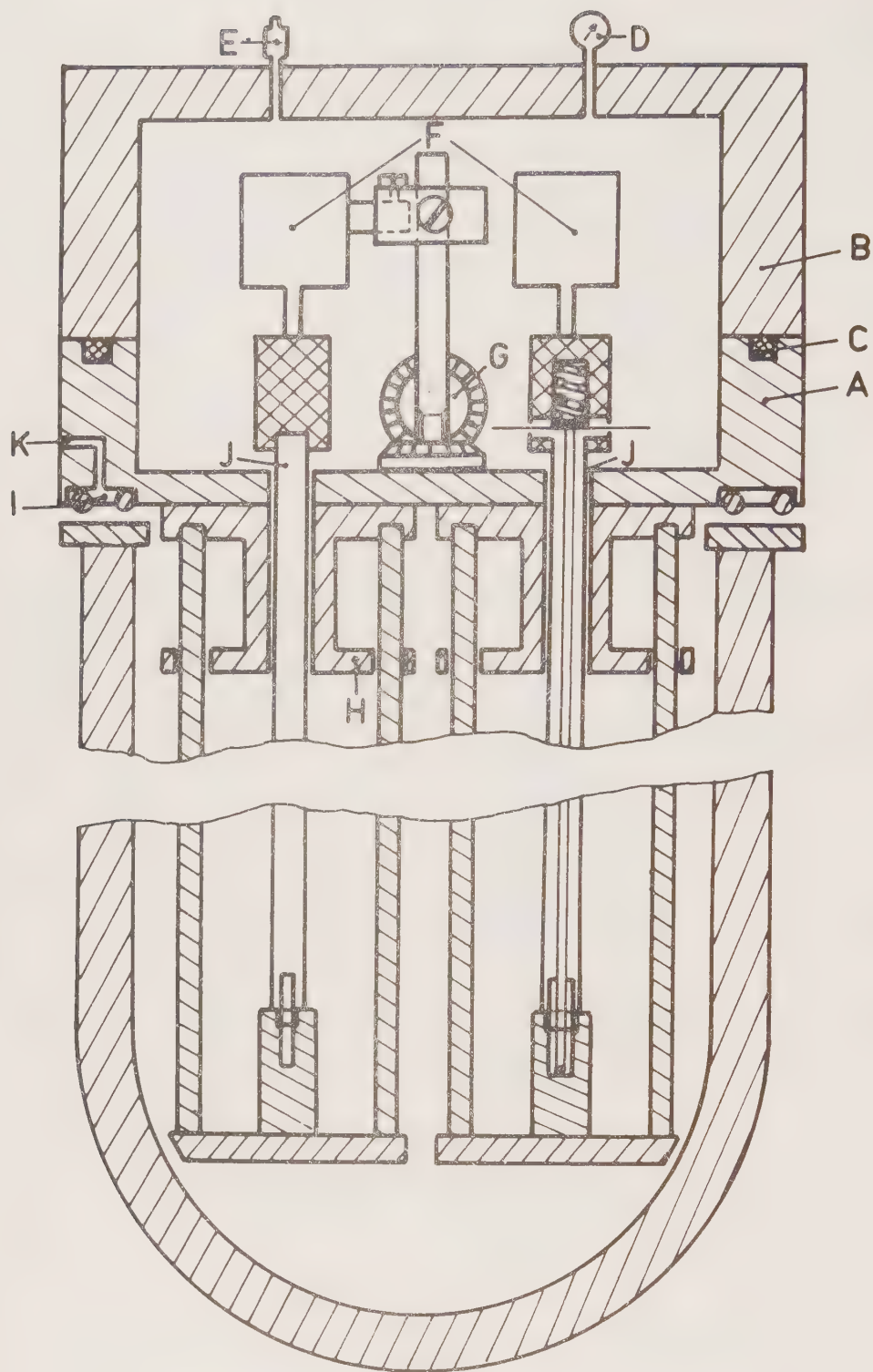


FIGURE 4

FIGURE 4

Coupe de l'enceinte dilatométrique avec utilisation des supports d'échantillons en forme d'étrier et de la gaine de protection.

- A - Socle*
- B - Couvercle*
- C - Joint torique*
- D - Manomètre*
- E - Soupape*
- F - Capteur de déplacement*
- G - Système de fixation et de déplacement des capteurs
(un seul a été représenté)*
- H - Fixation des supports d'échantillons*
- I - Gorges concentriques et joint torique*
- J - Tige-poussoir*
- K - Prise de vide*

parallélogramme déformable qui permet soit d'amener l'un des dispositif de traitements thermiques, soit de l'escamoter pour laisser le passage au four principal ou à un autre des dispositifs de traitement.

L'avantage essentiel de ce système réside dans la très grande souplesse de manipulation qu'il permet, associée à l'absence de toute secousse. Pratiquement, la substitution d'un four à un autre s'effectue en moins de deux secondes.

II.2.3 L'enceinte étanche (figures 4 et 5)

L'ensemble dilatométrique est placé dans une enceinte constituée par un socle (a) et un couvercle (b). L'étanchéité de leur fonction est assurée par un joint torique (c). Le couvercle est muni d'un manomètre 0-760 mb (d) et d'une soupape de sécurité (e) réglable qui s'ouvre à une pression légèrement supérieure à la pression atmosphérique.

Fixés sur le socle, les capteurs inductifs (f) de déplacement sont réglables en hauteur (g) de l'extérieur de l'enceinte grâce à deux manettes qui sortent à travers deux passages étanches. La rotation de ces commandes produit un déplacement de 250 μ m par tour. Les capteurs s'escamotent pour permettre l'introduction des tiges-poussoirs (j). Deux autres passages étanches sont utilisés pour la sortie des conducteurs électriques.

Le socle, refroidi par une circulation d'eau, est percé dans sa partie centrale de deux trous qui permettent la fixation des porte-échantillons (h). Sous la face inférieure de l'enceinte étanche sont creusées deux gorges concentriques qui, munies de joints toriques (i), constituent un sas dans lequel on peut réaliser le vide indépendamment de l'enceinte.

II.2.4 Les supports d'échantillons

L'échantillon et l'étalon sont placés sur deux supports en silicone identiques. Nous utilisons deux modèles de supports différents. Ce sont :

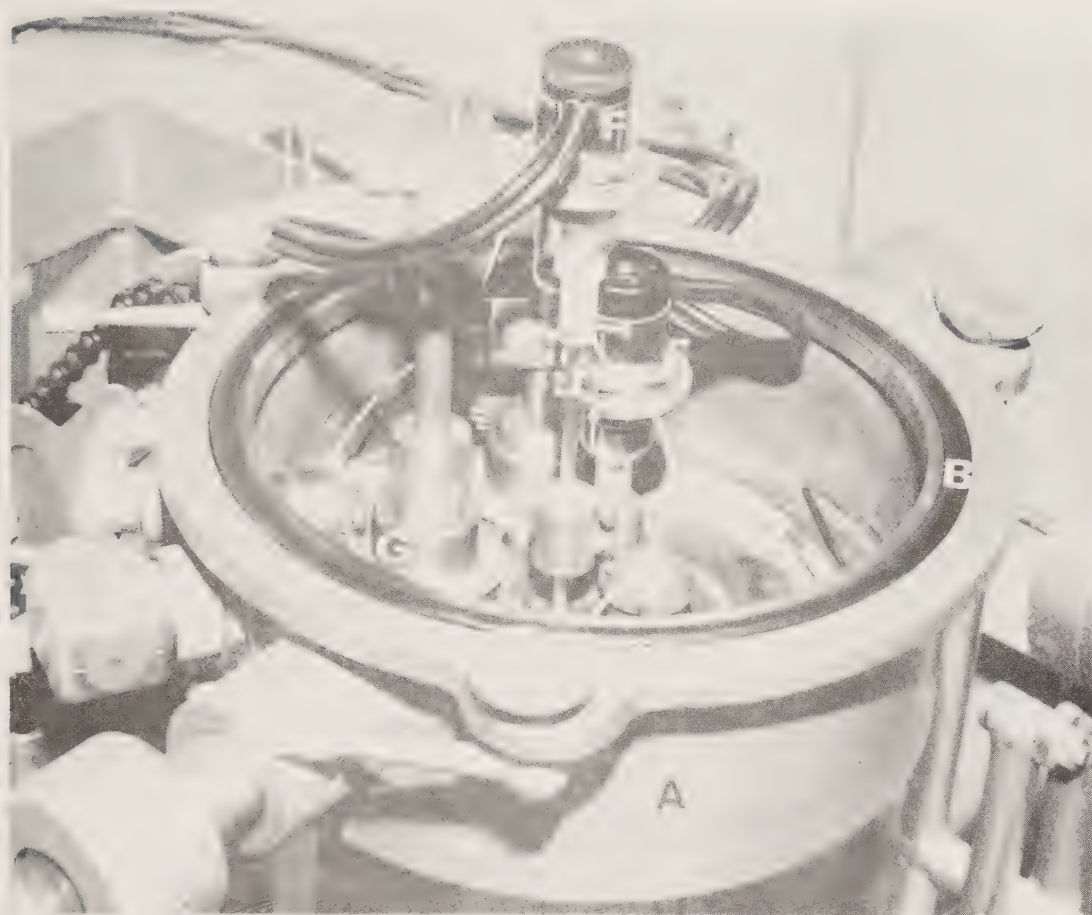


FIGURE 5

Vue de l'enceinte dilatométrique sans couvercle

- A - Socle*
- B - Joint torique*
- F - Capteurs de déplacement*
- G - Système de fixation et de déplacement
vertical des capteurs*
- J - Tige-poussoir*

- soit des étriers en silice (16-17) (*figure 6*) constitués d'une plaquette horizontale de $30 \times 10 \times 5$ mm soudée, à chaque extrémité, à deux tiges pleines de 250 mm de longueur. Les deux tiges sont collées à une pièce en laiton qui s'adapte au socle de l'enceinte dilatométrique. Dans ce cas, l'étanchéité de l'enceinte est assurée par un tube en silice (*figures 2 et 4*) de 60 mm de diamètre et de 300 mm de longueur qui vient coiffer les porte-échantillons. Ce tube, fermé à une extrémité, est collé à une couronne métallique qui vient s'appliquer sur les deux joints concentriques du socle. Le vide dans l'espace interjoint maintient le tout en place. Le tube peut être fixé préalablement à l'enceinte dilatométrique ou posé sur le disque surmontant le four et, dans ce cas, il se déplace avec lui

- soit des tubes en silice (*figure 7*) fermés à une extrémité, de 250 mm de longueur et de 5 mm de diamètre intérieur. La partie ouverte est collée à l'aide d'une résine époxy dans un manchon fileté à sa partie supérieure. L'épaule à la base du filet reçoit un joint torique. L'ensemble s'adapte ainsi de manière étanche sous le socle de l'enceinte dilatométrique.

Les pièces métalliques des supports sont en contact étroit avec le socle et sont ainsi maintenues à température constante pendant les expériences, afin d'éviter que leur dilatation n'introduise des erreurs de mesure.

II.2.5 Les éprouvettes

Les éprouvettes sont disposées verticalement sur des porte-échantillons conçus pour recevoir des échantillons dont les dimensions n'excèdent pas $60 \times 10 \times 10$ mm. Leurs faces inférieures et supérieures doivent être parfaitement planes.

Pour des raisons de commodité expérimentale, nous avons utilisé plusieurs types d'éprouvettes. Extérieurement, elles sont toutes identiques, de forme cylindrique de 20 mm de hauteur et de 4 mm de diamètre. Nous ne décrirons que les deux modèles les plus utilisés :

FIGURE 6

Schéma de montage des étriers supports d'échantillons

- a - Capteur inductif de déplacement
- b - Palpeur
- c - Embout reliant le palpeur à la tige-poussoir
- d - Ressort permettant d'assurer le contact permanent de la soudure du couple thermoélectrique et de l'échantillon
- e - Sortie du couple thermoélectrique
- f - Socle refroidi par circulation d'eau
- g - Pièce permettant la fixation des étriers en silice
- h - Tige-poussoir
- i - Porte-échantillon en forme d'étrier
- j - Couple thermoélectrique
- k - Echantillon
- l - Pyros

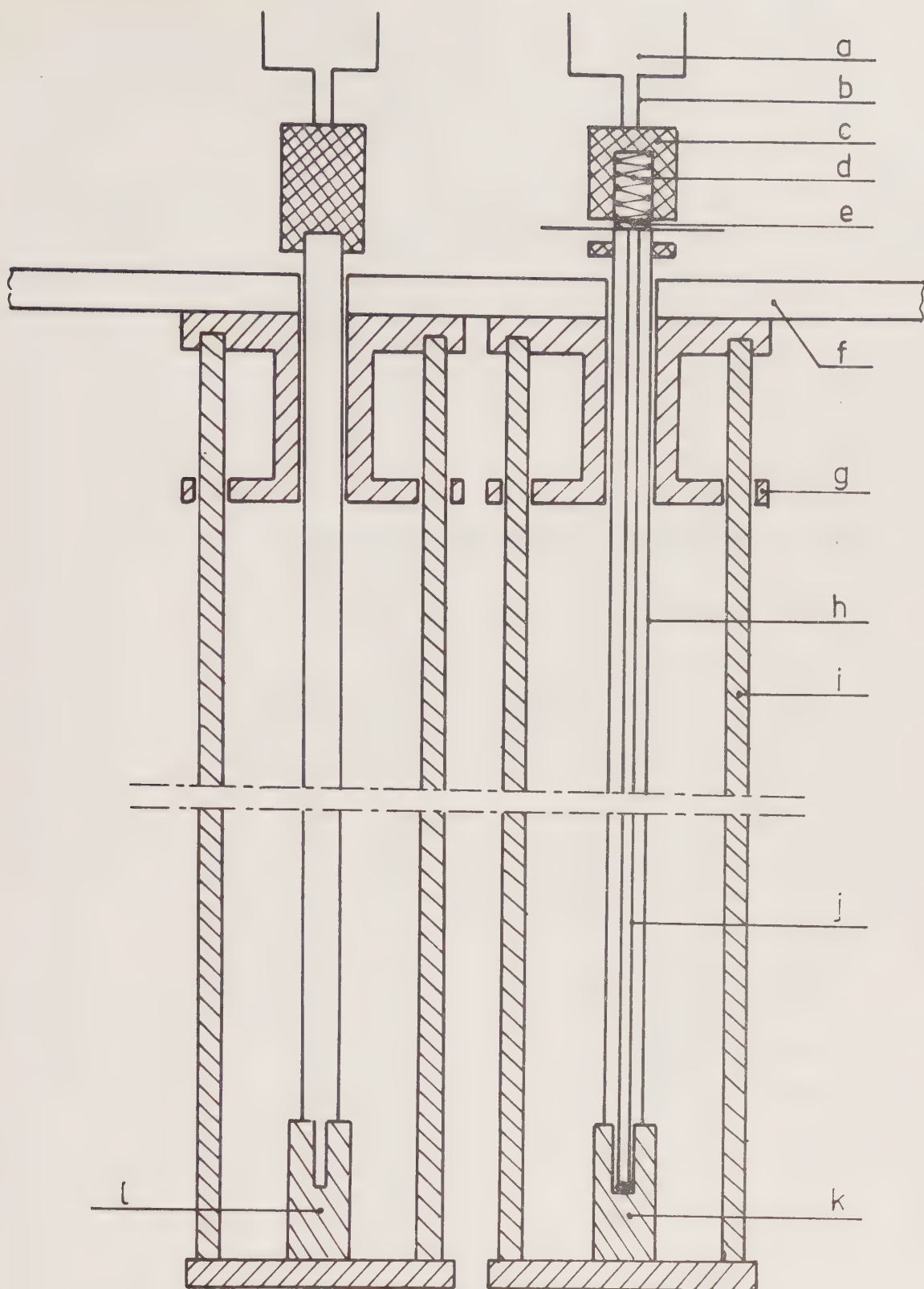


FIGURE 6

FIGURE 7

Schéma de montage des tubes porte-échantillons

- a - Capteur inductif de déplacement
- b - Palpeur
- c - Embout reliant le palpeur à la tige-poussoir
- d - Ressort permettant d'assurer le contact de la soudure du couple thermoélectrique de l'échantillon
- e - Sortie du couple thermoélectrique
- f - Socle refroidi par circulation d'eau
- g - Pièce permettant la fixation du tube en silice
- h - Tige-poussoir
- i - Porte-échantillon en silice
- j - Couple thermoélectrique
- k - Echantillon
- l - Pyros

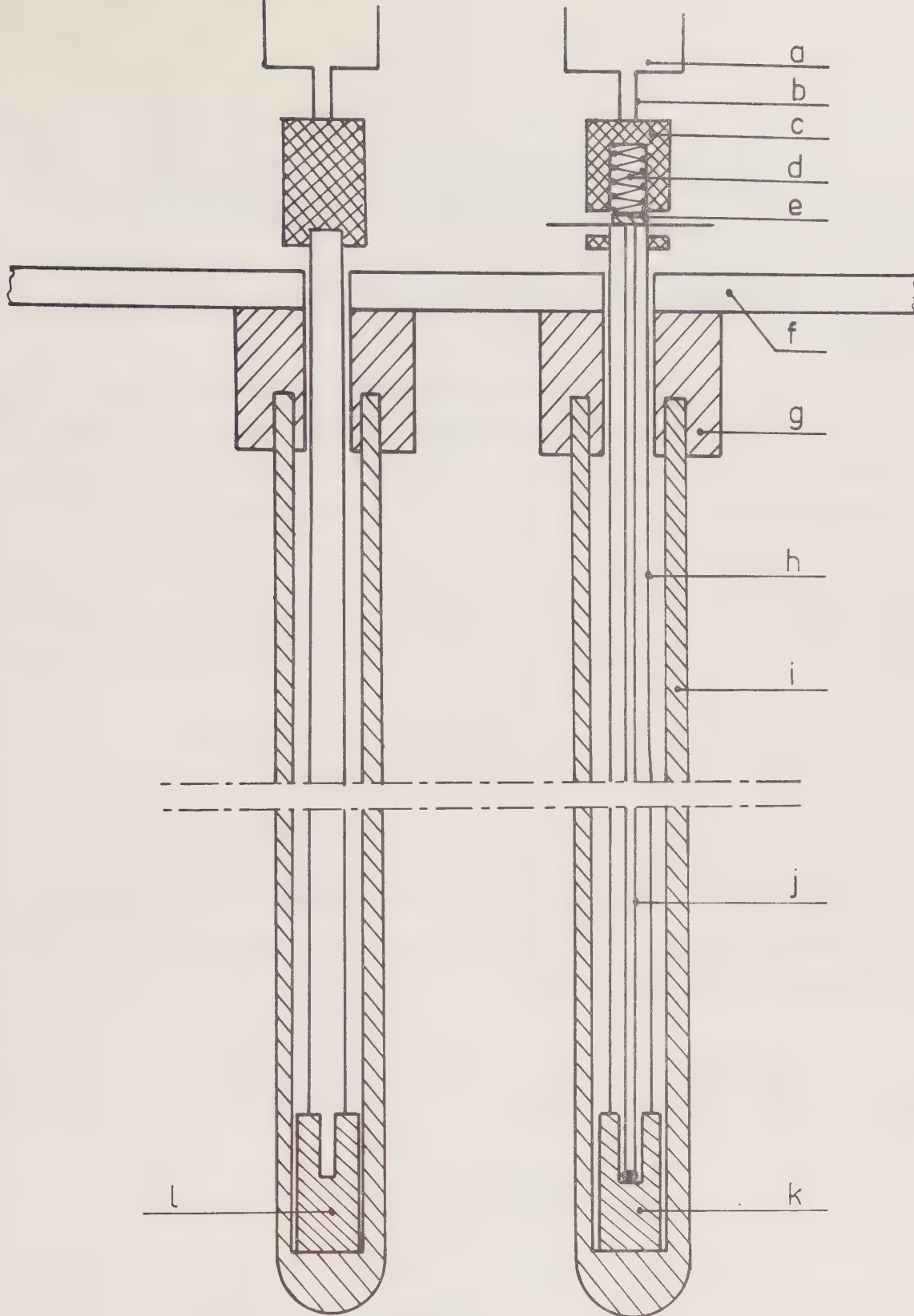


FIGURE 7

- Le premier modèle d'éprouvette est percé d'un trou de 2 mm de diamètre sur 10 mm de profondeur le long de l'axe du cylindre.

-- Le second modèle est percé de part en part d'un trou de 3 mm de diamètre.

Lorsque l'éprouvette est posée sur le support en forme d'étriers, elle est munie d'un filetage situé dans la partie supérieure de l'alésage destiné à fixer un petit tube en nickel qui fait saillie au-dessus de l'éprouvette. Ce montage permet de la maintenir en place et de fixer la tige-poussoir.

Les variations de longueur des éprouvettes sont transmises aux capteurs de déplacement par les tubes en silice de 4 mm de diamètre extérieur et de 2 mm de diamètre intérieur.

II.2.6 Les capteurs de déplacement

Il s'agit de capteurs inductifs de déplacement Philips PR 9310. Le déplacement axial du noyau se traduit par un couplage variable entre la bobine primaire alimentée par une tension de 5000 Hz et les deux bobines secondaires montées en série. Les signaux résultants sont transmis par câbles blindés au convertisseur de signaux.

Le palpeur du capteur est appuyé sur la tige-poussoir. Le couplage entre ces deux éléments est réalisé par les ressorts de suspension du noyau.

II.2.7 La mesure de la température

La température est mesurée à l'aide d'un couple thermoélectrique dont la soudure chaude est placée dans l'échantillon. Les fils isolés par des perles bifilaires cheminent dans la tige-poussoir qui, surmontée d'un embout fendu latéralement, permet la sortie des fils.

Lorsque nous utilisons des échantillons tubulaires, les fils du couple thermoélectrique sont soudés par effet Joule sur la face interne du

tube. Pour les autres éprouvettes, la soudure chaude est placée au fond du trou borgne. Pour limiter l'erreur de mesure de la température, due à l'existence d'une résistance thermique de passage, résultant d'une mauvaise application de la soudure sur le métal, un système mécanique à ressort, (d) (figures 6 et 7) placé dans l'embout, applique en permanence la soudure chaude du couple thermoélectrique contre le fond du trou de l'échantillon.

Ce système a également pour but de compenser les déplacements relatifs de l'éprouvette et du couple dus à la dilatation.

II.2.8 Le vide

En faisant le vide dans l'enceinte dilatométrique, une pompe primaire à palettes à un étage assure la montée du four principal et maintient en position le tube qui coiffe le porte-échantillon.

Un groupe de quatre électrovannes assure la distribution du vide et des gaz suivant les combinaisons représentées sur le schéma de la figure 8.

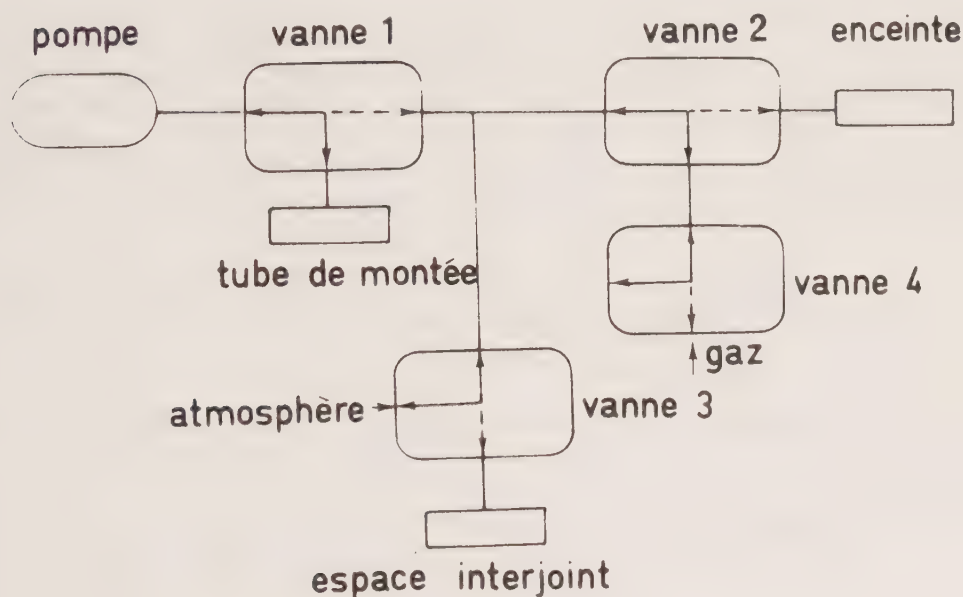


FIGURE 8

Schéma de distribution du vide

Un clavier à quatre touches et un inverseur commandent le fonctionnement du dilatomètre. Cependant, un certain nombre de fonctions de sécurité sont automatiquement réalisées.

Nous les décrivons sommairement.

- Inverseur en position 1 pour les porte-échantillons tubulaires.

- Touche_1 : montée du four et arrêt automatique en position haute (électrovanne I)
- Touche_2 : mise sous vide de l'enceinte dilatométrique (électrovannes I et II)
- Touche_3 : mise sous atmosphère de l'enceinte dilatométrique (électrovannes II et IV)
- Touche_4 : descente du four

- Inverseur en position 2. Nous utilisons les étriers et le gros tube en silice.

- Touche_1 : montée du four et du gros tube en silice qui est posé sur le disque supérieur du four. Un contact assure le basculement de l'électrovanne de commande du vide dans l'intervalle entre les joints concentriques lorsque le four arrive en position haute. On réalise ainsi l'accrochage par dépression de la couronne qui porte le tube.
- Touche_2 : mise sous vide de l'enceinte dilatométrique et maintien en position du tube (électrovannes 1-2-3)
- Touche_3 : mise sous atmosphère de l'enceinte et maintien en position du tube
- Touche_4 : un relais temporisé remet l'enceinte à la pression atmosphérique par l'introduction d'un gaz (électrovannes 2-4). Ensuite, il rétablit la pression atmosphérique entre les joints toriques (électrovanne 4). La descente du four et du tube est alors possible.

Dans les deux cas, le four principal peut être descendu, l'enceinte dilatométrique étant soit sous vide soit sous atmosphère. Le gros tube

s'il est en place, est maintenu en position.

Nous avons vu précédemment que le tube protecteur en silice est entraîné et mis en place par le four principal. Il est cependant toujours possible de l'accrocher préalablement à toute manipulation.

II.2.9 Le convertisseur de signaux

Au départ, nous disposions d'un seul pont de mesure Philips PR 9300 d'un modèle assez ancien.

Nous en avons modifié le branchement pour l'associer aux deux capteurs de déplacement dont les bobines primaires sont montées en série et alimentées de même par l'oscillateur du pont de mesure. Un montage en pont, dont les deux branches situées à l'extérieur de l'appareil sont constituées chacune par l'une des bobines secondaires de chaque capteur et dont les deux autres branches comportent des condensateurs variables, mesure le déséquilibre lorsque les tensions issues des capteurs sont différentes, c'est-à-dire lorsque, après la mise au zéro, il y a une différence de longueur entre le pyros et l'échantillon. La tension résultant du déséquilibre est amplifiée puis démodulée. Ce type de montage ne permet pas le tarage de l'appareil, car nous ne disposons pas de deux capteurs ayant des bobines secondaires parfaitement identiques.

Pour y remédier, nous avons utilisé deux ponts de mesure associés aux deux capteurs de déplacement. Les tensions continues issues de chaque pont de mesure attaquent un amplificateur différentiel de tension continue. Ces deux méthodes n'ont pas permis d'obtenir des résultats exploitables quantitativement puisque le tracé des courbes présentait de nombreuses oscillations dues à l'instabilité de la tension de sortie.

C'est pourquoi nous avons réalisé un ensemble de mesure électronique qui répond aux conditions imposées par nos expériences. Son schéma général est représenté sur *la figure 9*.

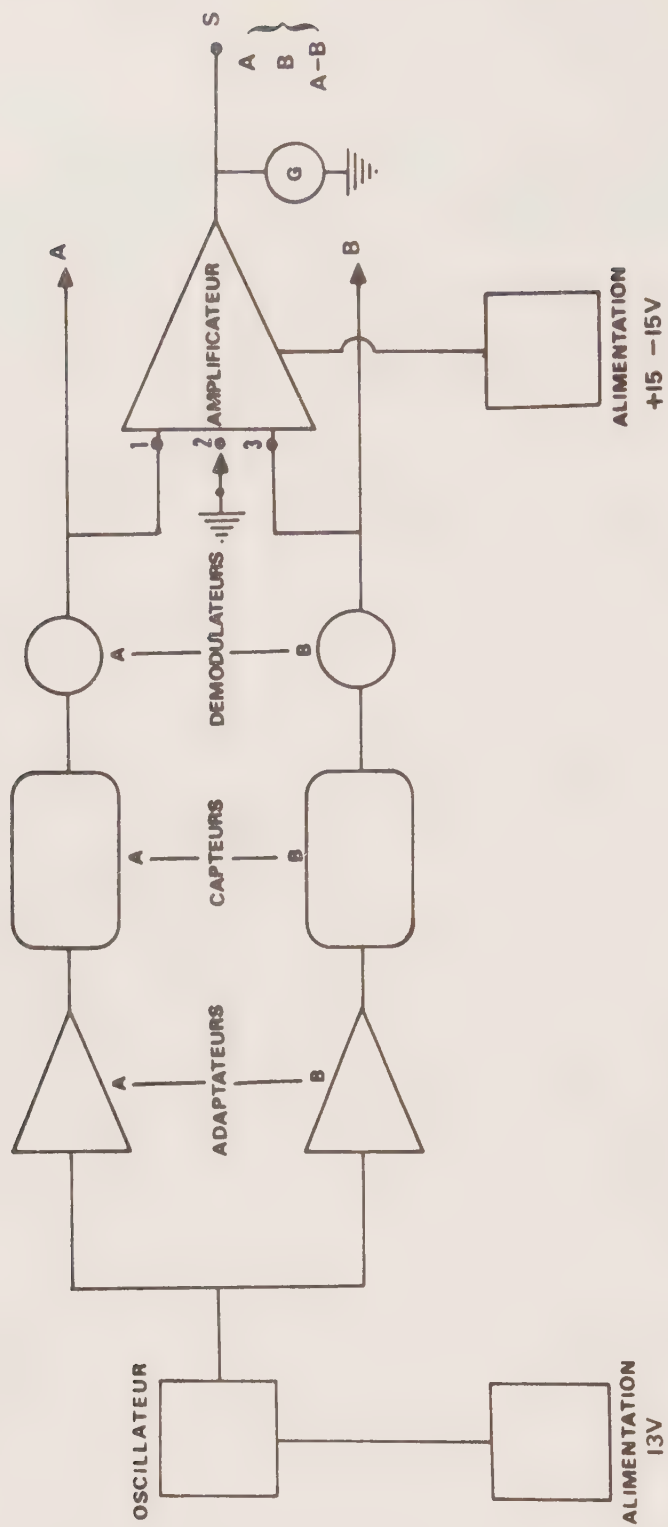


FIGURE 9

Schéma de principe de l'ensemble électronique de mesure des variations de longueur.

Les bobines primaires des capteurs sont alimentées par une tension alternative de fréquence et d'amplitude constante. Les tensions qui en résultent dans les bobines secondaires sont appliquées à deux démodulateurs qui fournissent une tension continue proportionnelle à l'amplitude de déplacement du noyau de chaque capteur.

Les tensions continues sont appliquées à un amplificateur différentiel dont la tension de sortie est une fonction linéaire de la différence de longueur entre les deux éprouvettes.

Il est possible de passer de façon instantanée de la mesure différentielle à la mesure directe par simple mise à la masse du signal provenant de l'un des capteurs de déplacement.

II.2.9.1 - L'alimentation

Un transformateur (*figure 10*) fournit une tension alternative de 15 V qui est redressée par deux diodes. Par rapport au point milieu, nous obtenons deux tensions continues de + 20 et - 20 volts qui sont filtrées puis stabilisées à 15 volts par deux diodes Zener. Elles alimentent l'amplificateur continu différentiel.

L'alimentation de l'oscillateur (*figure 11*) est réalisée à partir de la tension continue de + 20 volts obtenue dans le premier montage. La tension de sortie de 13 volts, délivrée par un transistor de puissance Tr_1 est contrôlée par un amplificateur d'erreur constitué par la diode Zener D_1 et le transistor Tr_2 .

II.2.9.2 - L'oscillateur (*figure 12*)

Il délivre une tension alternative de 5000 Hz sous 2 volts, que l'on applique aux bobines primaires de chaque capteur.

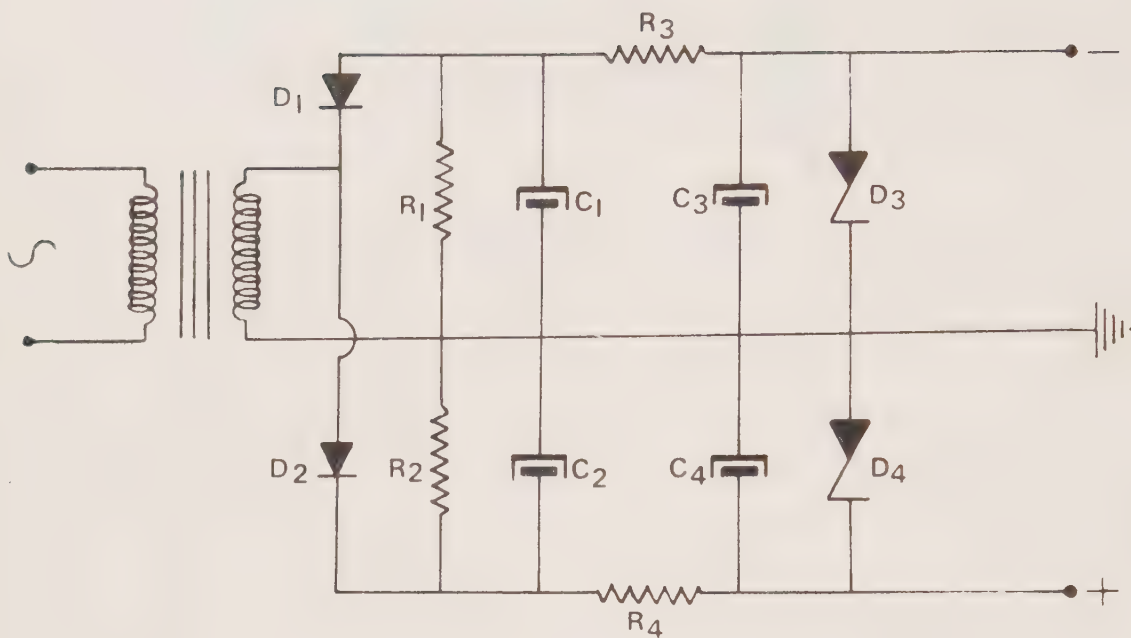


FIGURE 10

Schéma de l'alimentation de l'amplificateur différentiel

$D_1 D_2$ Diodes ESK 1/02

$D_3 D_4$ Diodes Zener BZZ 24

$C_1 C_2$ Condensateurs 1000 μF 25 V

$C_3 C_4$ Condensateurs 100 μF 25 V

$R_1 R_2$ Résistances 1000 Ω

$R_3 R_4$ Résistances 400 Ω

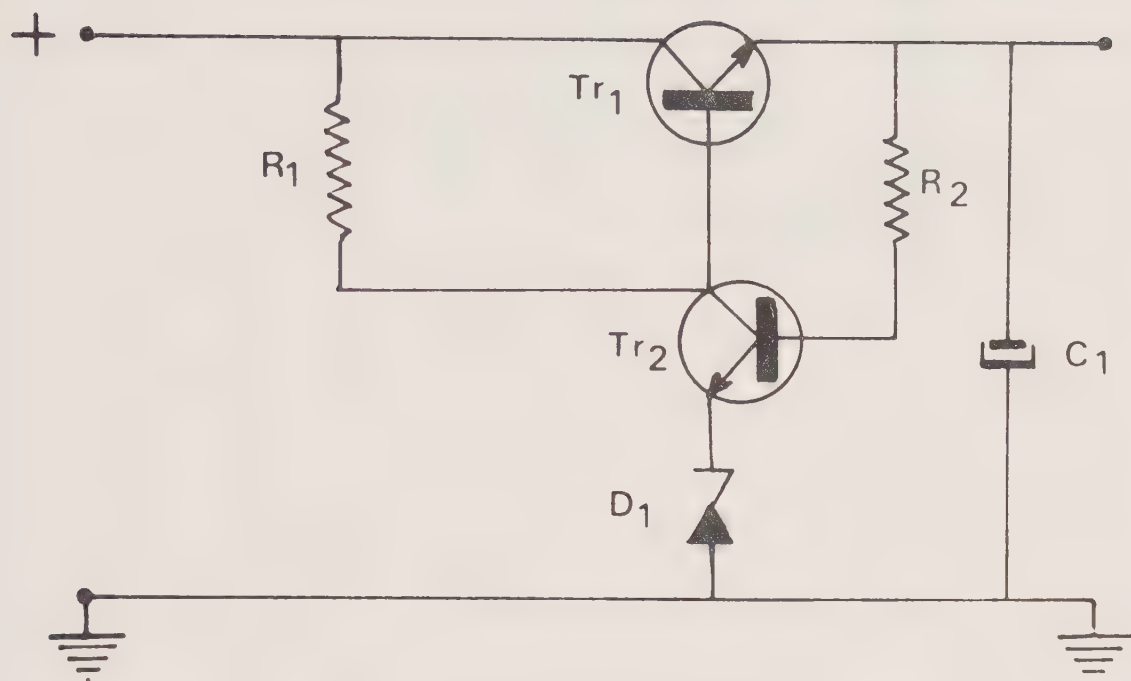


FIGURE 11

Schéma de l'alimentation de l'oscillateur

Tr_1 Transistor MJ 413

Tr_2 Transistor 2N 3904

D_1 Diode Zener 13 V

$R_1 R_2$ Résistances $1K\Omega$

C_1 Condensateur $100 \mu F$

FIGURE 12

Schéma de l'oscillateur

Tr_1	Transistor 2N 4870
$Tr_2 Tr_3$	Transistor 2N 3904
$Tr_4 Tr_5$	Transistor AC 128
$D_1 D_2$	Diodes BA 100
$C_1 C_6 C_7$	Condensateurs 100 μF
C_2	Condensateur 4,7 nF
C_3	Condensateur 10000 pF
$C_4 C_5$	Condensateur 1 μF
C_8	Condensateur 1000 pF
R_1	Résistance 22 K Ω
$R_2 R_{13}$	Résistances 470 Ω
R_3	Résistance 47 Ω
R_4	Résistance 15 K Ω
$R_5 R_6 R_9$	Résistances 3,3 K Ω
R_7	Résistance 330 Ω
R_8	Résistance 47 K Ω
$R_{10} R_{17}$	Résistances 6,8 K Ω
$R_{12} R_{16}$	Résistances 680 Ω
$R_{11} R_{15}$	Résistances 1 K Ω
R_{14}	Résistance ajustable 470 Ω

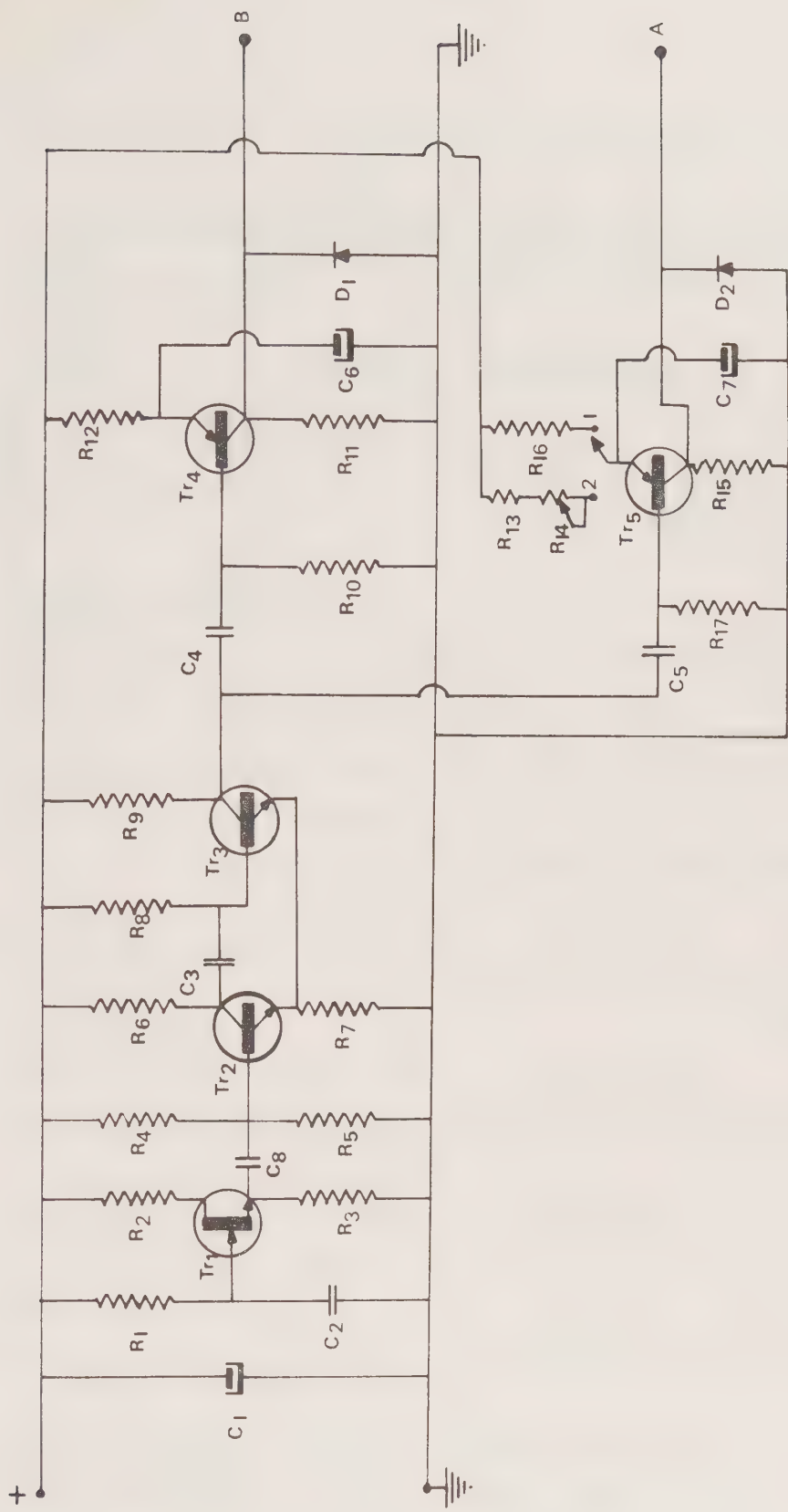


FIGURE 12

L'ensemble comporte 4 étages :

- un transistor unijonction Tr_1 commandé par un circuit R.C ($a_1 - c_2$) délivre des impulsions de fréquence stable égale à 5 KHz.

- un condensateur de liaison C_8 relie le premier étage au second qui est constitué d'un multivibrateur monostable ($Tr_2 - Tr_3$) dont la constante de temps RC ($R_8 C_3$) a été choisie expérimentalement pour obtenir un rapport cyclique égal à 1. Dans ces conditions la sortie délivre un signal carré.

- Ce signal est appliqué à deux amplificateurs A et B ($Tr_4 - Tr_5$) par l'intermédiaire de condensateurs de liaison ($C_4 - C_5$). Ces amplificateurs, de gain voisin de 1, ont pour but de délivrer le signal haute fréquence sous faible impédance de manière à éviter toute réjection d'un capteur sur l'autre. Pour éviter l'altération de la forme d'onde de la tension haute fréquence qui pourrait résulter des surtensions provoquées par la charge inductive, deux diodes sont montées en parallèle sur les sorties.

Un commutateur permet de détruire la symétrie d'équilibre des tensions alimentant les capteurs.

En position 1, la tension de la voie A est identique à celle de la voie B, les résistances R_{16} et R_{12} étant appariées.

En position 2, la tension de la voie A est ajustable de plus ou moins 30 % autour de la tension nominale.

II.2.9.3 - La démodulation (figure 13)

Les deux bobines secondaires du capteur de déplacement sont montées en série de façon à obtenir à leur extrémités des signaux en opposition de phase par rapport au point milieu. Ces tensions sont redressées par deux diodes. Il apparaît, en sortie du démodulateur, une tension continue proportionnelle aux amplitudes des tensions alternatives issues des deux bobines

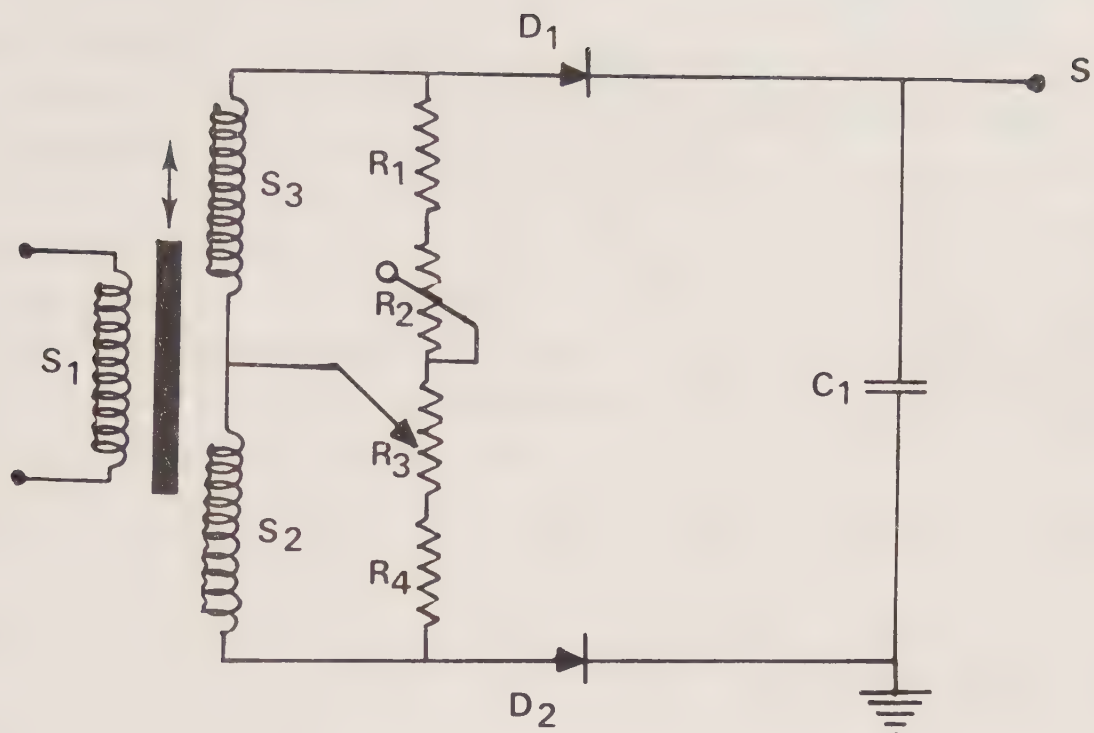


FIGURE 13

Schéma du démodulateur

- S_1 Bobine primaire du capteur de déplacement
- $S_2 S_3$ Bobine secondaire du capteur de déplacement
- $D_1 D_2$ Diodes BA 100
- R_1 Résistance 2,7 K Ω
- R_2 Résistance ajustable 470 Ω
- R_3 Résistance variable 470 Ω
- R_4 Résistance 3,3 K Ω
- C_1 Condensateur 0,47 μF

secondaires du capteur.

Ce montage assure d'une part, une linéarité acceptable dans un grand domaine de déplacement du noyau et, d'autre part, une démodulation qui ne tient pas compte des tensions coude des diodes car elles travaillent à une tension toujours supérieure à 0,6 volts. Le condensateur C_1 élimine les résidus de la tension haute fréquence et filtre le signal de sortie. La résistance ajustable R_2 permet d'équilibrer les deux voies lors de la mise au point du montage. La résistance variable R_3 , accessible sur la face avant de l'appareil, permet d'équilibrer les deux capteurs entre eux.

II.2.9.4 - L'amplificateur différentiel (figure 14)

Il est composé de deux étages. Chacun comprend un amplificateur opérationnel à circuit intégré.

Le premier étage permet l'extraction de la différence de tension entre les deux signaux avec une bonne réjection du mode commun. La tension de sortie V_S varie en fonction des tensions d'entrée VE_1 et VE_2 nous avons

$$V_S = \frac{R_5}{R_1} VE_1 - \frac{R_3}{R_2} VE_2$$

en choisissant

$$R_1 = R_2$$

$$R_3 = R_5$$

$$V_S = \frac{R_5}{R_1} (VE_1 - VE_2)$$

Le gain est alors égal à $\frac{R_5}{R_1}$ soit 2,2.

Le potentiomètre P_1 permet de décaler, de part et d'autre, le zéro par injection d'un signal sur E_1 et sur E_2 .

Le second étage est constitué d'un amplificateur à 4 gammes de gain, défini par les résistances R_9 , R_{10} , R_{11} , R_{12} et R_{15} . Le potentiomètre P_2 , fixé sur la face avant de l'appareil, permet le réglage fin à l'intérieur de chaque gamme. L'étage est fortement découplé afin d'obtenir une bonne stabilité tant en gain qu'en bande passante.

II.2.9.3 - Les sorties

Elles sont accessibles sur la face avant de l'appareil. Deux sorties reçoivent directement la tension issue de chaque démodulateur, une autre reçoit la tension issue de l'amplificateur différentiel. Cette tension est appliquée à un voltmètre à zéro central. Il permet le réglage du zéro du convertisseur de signaux.

Un commutateur met éventuellement le signal d'une voie ou de l'autre à la masse et permet ainsi de passer instantanément de l'analyse thermodynamométrique différentielle à l'analyse thermodynamométrique absolue, sur l'une ou l'autre des éprouvettes.

Cet ensemble est extrêmement souple et permet de mesurer à tout instant, simultanément ou séparément, les variations de longueur du pyros, celles de l'échantillon et la différence de longueur entre les deux, sous réserve que les appareils d'enregistrement aient une impédance d'entrée suffisante surtout en ce qui concerne les tensions issues directement des démodulateurs.

II.2.10 L'enregistrement

Trois types d'enregistrements sont utilisés :

- L'enregistrement magnétique à fréquence modulée. Cet appareil permet d'enregistrer sur bande magnétique des signaux électriques avec une précision et une linéarité de 1 % environ pour l'ensemble du système de mesure.

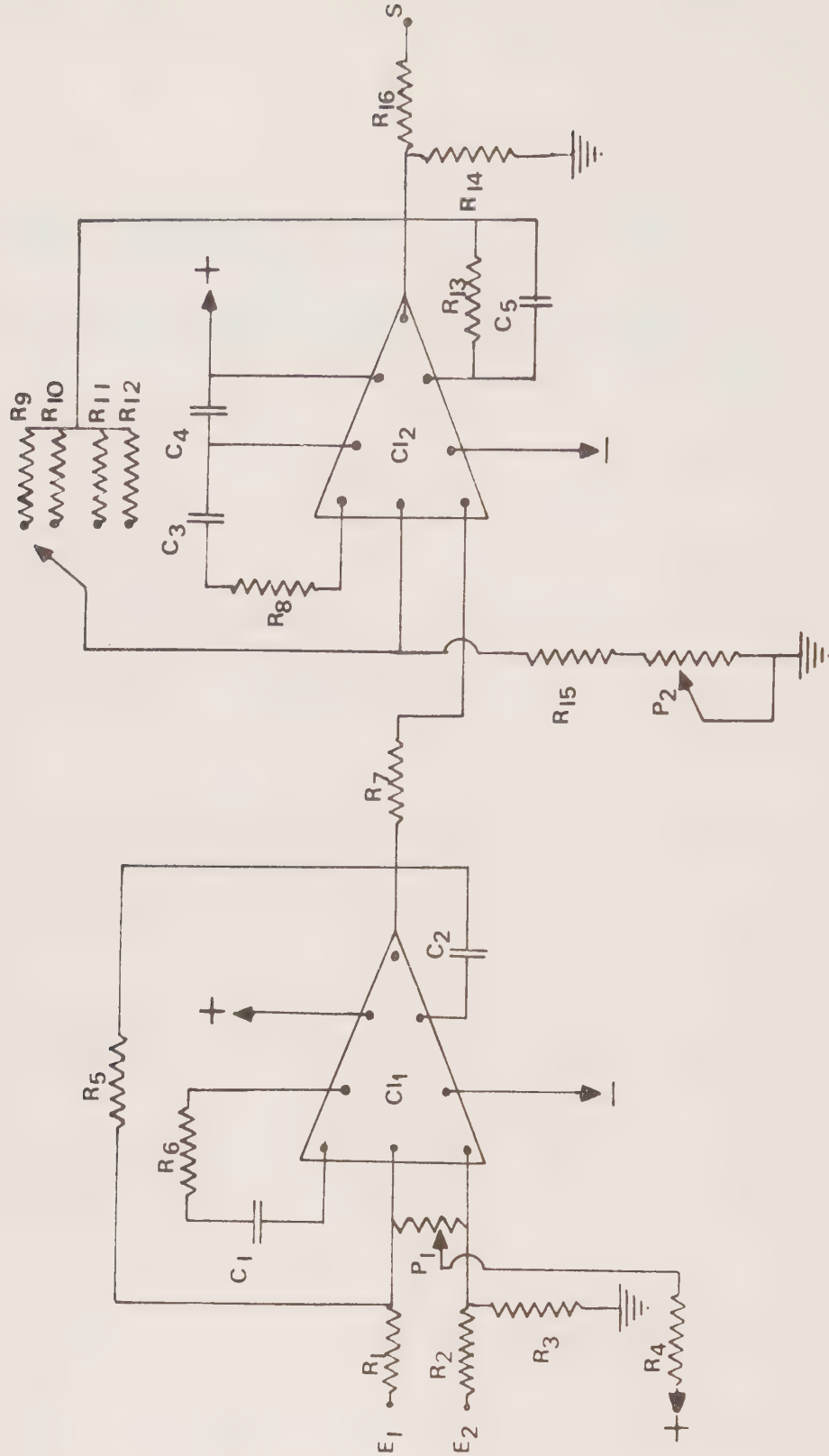


FIGURE 14

FIGURE 14

Schéma de principe de l'amplificateur différentiel.

CI_1 Amplificateur opérationnel TAA-521

CI_2 Amplificateur opérationnel MC-1539G

$R_1 R_2 R_{13}$ Résistances 10 K Ω

$R_3 R_5$ Résistances 22 K Ω

R_4 Résistance 2,5 M Ω

$R_6 R_9$ Résistances 1,5 K Ω

$R_7 R_{16}$ Résistances 1 K Ω

R_8 Résistance 33 K Ω

R_9 Résistance 1,5 K Ω

$R_{10} R_{14}$ Résistances 4,7 K Ω

R_{11} Résistance 15 K Ω

R_{12} Résistance 47 K Ω

R_{15} Résistance 390 Ω

P_1 Potentiomètre 500 K Ω

P_2 Potentiomètre 1 K Ω

C_1 Condensateur 4700 pF

C_2 Condensateur 200 pF

C_3 Condensateur 1000 pF

$C_4 C_5$ Condensateurs 10000 pF

Nous utilisons simultanément quatre voies de mesure. La première reçoit les signaux émis par un générateur de fonction qui permet le repérage du temps. La deuxième sert à l'enregistrement de la température. Les deux autres voies enregistrent les variations de longueur de l'éprouvette et les variations de longueur entre l'échantillon et le pyros. Ces signaux sont ensuite reproduits à vitesse moindre sur un enregistreur à constante de temps assez élevée mais de bonne linéarité.

Cette méthode d'enregistrement est utilisée pour des vitesses de variations de la température supérieures à 70°C/s . Pour les phénomènes moins rapides, nous avons préféré utiliser des méthodes d'enregistrement plus classiques en raison de leur grande facilité d'emploi.

- L'enregistrement sur un appareil galvanométrique X-t. Pour les expériences faites en température constante, nous utilisons un enregistreur galvanométrique double X-t, à suiveur de spot (Sefram type Graphispot). Sa précision est de 0,2 %. Une voie est utilisée pour le contrôle de la température, l'autre voie permet le tracé de la courbe de variations de longueur en fonction du temps.

- L'enregistrement sur un appareil potentiométrique X-Y. Il est utilisé pour les expériences en température variable, en même temps que l'enregistreur précédent. Il s'agit d'un enregistreur IFELEC M₁₀₀ type Cimagraphe ; sa précision est de 0,1 %. Sa grande résistance d'entrée de $1\text{ M}\Omega$ permet de brancher l'entrée X de mesure des températures en parallèle avec l'enregistreur galvanométrique, sans risque d'altérer les signaux. La voie Y reçoit la force électromotrice issue du démodulateur.

Quelle que soit la technique utilisée, nous disposons des paramètres :

- temps
- température
- variation de longueur

La juxtaposition des courbes de refroidissement et des courbes dilatométriques permet de déterminer les températures de début et de fin de transformation.

CHAPITRE III

CARACTERISTIQUES ET PRECISION DES MESURES

Les erreurs sur la mesure des longueurs ont deux origines : les erreurs dues à l'ensemble électronique et les erreurs mécaniques dues au positionnement des échantillons, à la timonerie entre les échantillons et les capteurs, aux frottements et à l'éventuelle dégradation de la silice. Nous avons d'une part, mesuré les erreurs qui se produisent au niveau de chaque élément de la chaîne de mesure pris isolément, à l'exclusion des enregistreurs dont les performances sont indiquées au chapitre précédent. D'autre part, nous avons évalué les erreurs dues à l'ensemble de l'appareillage.

Nous avons également recherché et limité au maximum les erreurs portant sur les mesures de la température.

III.1 - LES MESURES DE LONGUEUR

III.1.1 Précision des résultats des mesures des longueurs

III.1.1.1 L'oscillateur

Il délivre un signal carré de 5026 Hertz de fréquence, stable à 1 Hertz près. La variation de la fréquence en fonction de la température est d'environ 1 Hertz par degré Celsius. Ces variations sont faibles et ne risquent pas d'affecter la mesure. En effet, la tension issue de chaque bobine secondaire

est proportionnelle à la fréquence. Lorsque celle-ci varie, la force électromotrice induite varie de façon identique pour chaque bobine. La tension continue issue du démodulateur reste donc inchangée.

En sortie de l'oscillateur proprement dit, les deux étages d'adaptation d'impédance délivrent aux capteurs une tension de 2,5 volts environ. L'écart de tension entre la voie A et la voie B est de 0,5 %. Pour les mêmes raisons que précédemment, une variation de température identique sur chaque étage n'affecte pas la tension continue aux bornes du démodulateur.

III.1.1.2 Les capteurs

Dans ces conditions d'utilisation, la valeur de la self induction des bobines primaires (I) est de 3,6 mH, la résistance de 45 Ω . Pour les bobines secondaires, les valeurs sont respectivement de 10 mH et de 235 Ω . Le courant dissipé dans chaque primaire est de 23 mA environ. La quantité de chaleur correspondante est évacuée rapidement par le boîtier, ce qui évite tout échauffement du capteur.

Au niveau des bobines secondaires, la tension est de 6 volts de crête à crête et varie de 0,4 volt pour un déplacement de 1 mm.

La réponse des capteurs présente un écart à la linéarité qui croît lorsque le noyau du capteur s'éloigne de part et d'autre de sa position médiane. Pour un déplacement de 300 μm , qui correspond aux variations de longueur habituellement observées sur nos échantillons, l'écart à la linéarité est de 1 % environ.

Bien que provoquant des écarts de 0,1 % par $^{\circ}\text{C}$, les variations de la température des capteurs n'introduisent pas d'erreurs (I) importantes. En effet, les capteurs sont situés dans une enceinte refroidie par eau qui peut être considérée comme isotherme.

(I) *Documentation Philips.*

III.1.1.3 Le démodulateur

Un déplacement de 1 mm du noyau du capteur correspond, à la sortie du démodulateur, à une variation de tension de 290 mV.

Les diodes utilisées pour la démodulation sont très sensibles aux variations de température. Un écart de la température de 10 % de l'une d'entre elles fait varier la tension de sortie de 0,6 mV.

C'est pourquoi nous avons eu soin de réaliser la compensation des effets thermiques à l'aide d'un montage parfaitement symétrique. Par mesure de sécurité, il serait cependant préférable de monter l'ensemble des redresseurs dans un boîtier isotherme.

III.1.1.4 L'amplificateur

Les signaux issus du démodulateur sont amplifiés de 2 à 500 fois. La tension de sortie est appliquée à l'enregistreur, sous une impédance de $0,4 \Omega$ (II). L'influence de la température est négligeable. Elle est de $0,6 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ pour une amplification égale à 1.

Nous avons vérifié la linéarité de la réponse en injectant des tensions continues parfaitement stables et calibrées. L'écart à la linéarité ne dépasse pas 0,3 %.

La bande passante de l'amplificateur est comprise entre 0 et 40 kHz pour un affaiblissement de 3dB.

Si on considère l'ensemble des composants de la chaîne de mesure, aucun n'est sensible aux variations de température. La principale source d'erreurs résulte de la non linéarité de la réponse du capteur de déplacement. En absence de toute correction, nous pouvons espérer dans nos conditions de manipulation, une erreur inférieure à 1,5 % sur la mesure des déplacements du noyau du capteur.

(II) *Documentation Motorola*

III.1.2 Réponse de l'ensemble de mesure de longueur

III.1.2.1 Réponse en fréquence

L'oscillateur, l'amplificateur et l'inertie mécanique de la transmission entre l'éprouvette et le primaire du capteur sont les trois éléments qui limitent la fréquence des phénomènes observables.

Ce n'est pas, en fait, l'oscillateur qui limite la bande passante puisqu'en réalité, s'il fournit une fréquence de 5000 Hz, l'ensemble du système n'admet plus qu'environ 1200 Hz pour des déplacements de 10 μm environ (I). Si le déplacement atteint 300 μm , le système n'admet plus que 150 Hz. L'amplificateur peut passer des fréquences beaucoup plus élevées.

Pour déterminer la fréquence maximale acceptable par le système mécanique, nous avons simulé des variations de longueurs en faisant subir à l'échantillon un mouvement vertical de va et vient d'amplitude connue et constante.

La courbe de variations de longueur en fonction du temps a été tracée à l'aide d'un enregistreur photographique de faible inertie (80 Hz).

Le montage utilisé est représenté sur la figure 15. Nous nous sommes attaché à rester le plus près possible des conditions réelles d'utilisation du dilatomètre. L'ensemble du montage dilatométrique utilisant les tubes en silice est conservé, la partie inférieure du tube étant sectionnée pour laisser dépasser l'échantillon (E) qui repose sur une barre métallique (C). L'une des extrémités de cette barre est fixée sur un axe par l'intermédiaire d'un roulement à billes (B) et peut être animée d'un mouvement de rotation dans le plan vertical. Son autre extrémité repose sur l'anneau extérieur d'un deuxième roulement à billes (A) monté de façon excentrée sur l'axe d'un moteur électrique (M) dont on contrôle la vitesse de rotation. L'échantillon est ainsi animé d'un mouvement de va et vient dont la fréquence est déterminée par la vitesse de rotation du moteur et dont l'amplitude est définie par la position de l'échantillon par rapport à l'axe du roulement B.

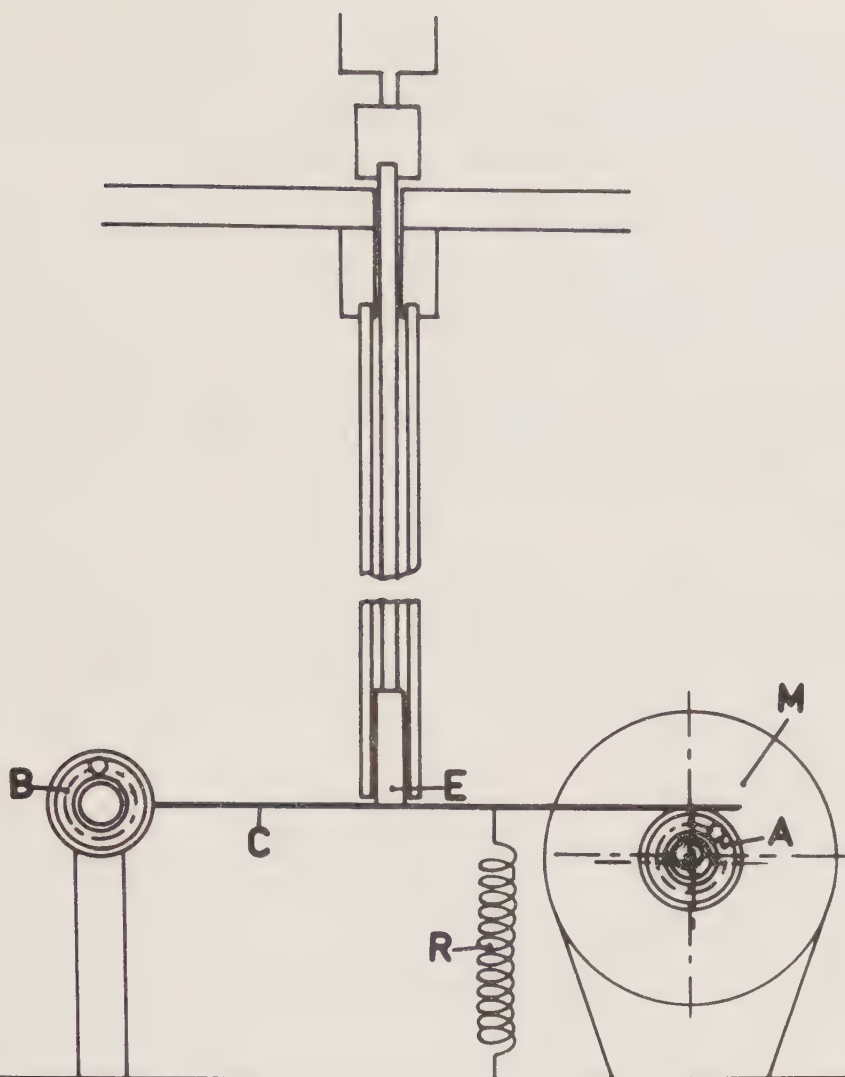


FIGURE 15

Montage utilisé pour la mesure des fréquences

- A - Roulement à billes
- B - Roulement à billes excentré
- C - Barre support-échantillon
- E - Echantillon
- M - Moteur électrique
- R - Ressort de rappel

Les essais ont été réalisés pour des déplacements de 300 μm à des fréquences allant de 0 à 80 Hz.

TABLEAU 1

Fréquence en Hz	1	3	6	10	15	20	25	30	35	40
Amplitude me- surée sur la courbe (en cm)	6,65	6,65	6,65	6,55	6,40	6,50	6,45	6,50	6,30	6,05
Affaiblisse- ment (en db)	0	0	0	0,12	0,33	0,20	0,37	0,20	0,57	0,83

L'affaiblissement du signal est nul jusqu'à 6 Hz. Au-delà de 48 Hz, l'échantillon est animé de mouvements incohérents qui interdisent toute mesure.

Ces résultats permettent d'évaluer la vitesse maximale de refroidissement de l'éprouvette compatible avec les possibilités du système de mesure. Cette vitesse atteint 10.000°C/s. pour un refroidissement s'étalant sur 1000°C. Elle est très supérieure aux vitesses réalisables sur nos éprouvettes dilatométriques.

Ces résultats montrent également qu'il n'est pas nécessaire de faire appel à des systèmes mécaniques de rappel pour maintenir le contact entre la tige-poussoir et l'échantillon.

III.1.2.2 Précision absolue des mesures de longueur

Au cours du refroidissement, la mesure des variations de longueur ne peut se faire qu'en dilatométrie absolue car il n'est pas possible de réaliser le chauffage ou le refroidissement identique du pyros et de l'échantillon. En revanche, la dilatométrie différentielle s'applique parfaitement à l'étude des

variations de longueur en température constante. Ce point sera développé au chapitre IV.

Pour déterminer la précision des mesures de longueur, nous avons provoqué des déplacements d'amplitude connues du noyau du capteur de déplacement à l'aide d'un dispositif mécanique. Au moyen d'un voltmètre électronique, nous avons mesuré les tensions correspondantes. L'écart à la linéarité est calculé à partir de la droite idéale, déterminée à l'aide des variations de tension créées par de faibles déplacements du noyau dans le domaine de meilleure linéarité, lorsqu'il se trouve en position médiane.

Les résultats sont d'une part consignés dans le tableau II et, d'autre part, reportés sur la courbe de réponse du capteur fournie par le constructeur (figure 16).

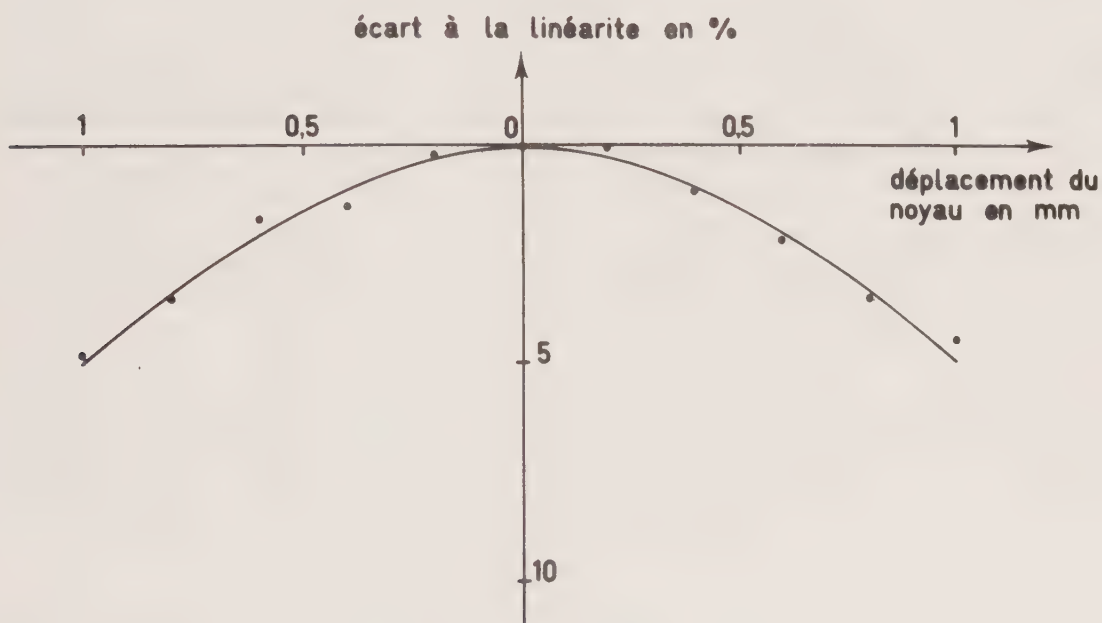


FIGURE 16

Comparaison entre la courbe d'étalonnage du capteur et nos points expérimentaux

TABLEAU II

Déplacement du noyau en μm	Tension mesurée en volts	ΔV (en volts)	Tension idéale en volts	Ecart à la tension id. en volts	Ecart en %
- 1000	- 0,2500		- 0,2620	0,0120	4,8
- 800	- 0,2026	0,0474	- 0,2096	0,0072	3,5
- 600	- 0,1546	0,0480	- 0,1572	0,0026	1,7
- 400	- 0,1034	0,0512	- 0,1048	0,0014	1,4
- 200	- 0,0524	0,0511	- 0,0524	0,001	0,2
0	0	0,0523	0	0	0
+ 200	+ 0,0524	0,0524	+ 0,0524	0	0
+ 400	+ 0,1038	0,0514	+ 0,1048	0,0010	1
+ 600	+ 0,1538	0,0500	+ 0,1572	0,0034	2,2
+ 800	+ 0,2027	0,0489	+ 0,2096	0,0069	3,5
+ 1000	+ 0,2507	0,0480	+ 0,2620	0,0113	4,5

On observe sur la figure 16 que l'écart entre cette courbe et la réponse du système atteint 0,5 %.

Les valeurs de 1 % et de 1,4 %, correspondant à un déplacement de 400 μm de part et d'autre du zéro, sont à rapprocher de l'erreur estimée précédemment à 1,5 % en considérant la somme des erreurs venant de chaque élément pris isolément.

III.1.2.3 Précision et mesures dans les conditions d'emploi du dilatomètre

Nous nous sommes placé dans les conditions expérimentales habituelles et nous avons mesuré, pour différentes températures, les variations de longueur ΔL_1 d'un échantillon en pyros de 20 mm de longueur placé dans un tube en silice.

On mesure l'allongement en comparant la force électromotrice de sortie du convertisseur de signaux, lorsque l'éprouvette est à 800°C, à l'allongement calculé pour une même température à partir de la table des caractéristiques du pyros 56.

Le tableau III, qui donne les valeurs obtenues dans ces conditions, indique également la variation de longueur apparente ΔL_2 de l'éprouvette ($\Delta L_2 = \Delta L_{\text{pyros}} - \Delta L_{\text{silice}}$) et la variation de longueur absolue ΔL_3 de l'éprouvette.

TABLEAU III

Température en °C	ΔL_1 (mm)	ΔL_2 (mm)	ΔL_3 (mm)	$\frac{\Delta L_1 - \Delta L_2}{\Delta L_2} \times 100$
0	0	0	0	0
100	0,0253	0,0254	0,0264	0,4
200	0,0510	0,0520	0,0542	2
300	0,0796	0,0804	0,0836	1,5
400	0,1087	0,1112	0,1156	2,5
500	0,1409	0,1440	0,1494	2
600	0,1765	0,1784	0,1856	1
700	0,2152	0,2146	0,2222	0,3
800	0,2322	0,2322	0,2610	0

L'erreur constatée de 2,5 % dépasse sensiblement l'erreur calculée plus haut. Cet écart est dû vraisemblablement à des facteurs mécaniques sur lesquels nous reviendrons plus loin et à l'incertitude sur la mesure des températures.

Ces résultats appellent deux remarques :

- La mesure des variations de longueur doit tenir compte de la dilatation de la silice. En effet, pour une température de 400°C, nous passons de 2,5 % d'erreur à 6 %.

- La mesure de la température d'un échantillon effectuée sur une courbe dilatométrique d'après la longueur du pyros peut être entachée d'une erreur de 10°C. Cette erreur est encore aggravée par le fait que, sauf pour des refroidissements très lents, l'éprouvette et le pyros ne sont pas à la même température. C'est cette constatation qui nous a fait éliminer cette technique de mesure de la température.

III.1.2.4 Reproductibilité des résultats obtenus en dilatométrie différentielle isotherme

Nous avons mesuré l'accroissement de longueur qui correspond à la transformation isotherme d'une austénite contenant en solution 1 % de carbone et 1,25 % de chrome, obtenue par le maintien de 30 minutes à 1050°C d'un acier de nuance 100 C₅.

Les cinq éprouvettes utilisées pour cet essai sont taillées dans le même barreau. A l'issue du maintien d'austénitisation, les éprouvettes sont immergées dans un bain métallique à 380°C et nous enregistrons la courbe des variations de longueur en fonction du temps. Sur le tableau IV, nous avons reporté l'amplitude de la sigmoïde correspondant à la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$, la durée d'incubation de la transformation et la durée nécessaire pour obtenir un taux d'avancement de 50 %.

L'écart maximal entre les valeurs extrêmes est de 2,5 % environ. Notons cependant que l'erreur sur la détermination des temps d'incubation atteint 10 secondes sur la durée nécessaire pour obtenir 50 % de transformation. Ceci s'explique par le fait qu'il est plus facile de déterminer avec précision, sur la courbe expérimentale un certain taux de transformation que de repérer le début de celle-ci.

TABLEAU IV

Numéro de l'échantillon	Amplitude de la sigmoïde (en cm)	Durée d'incubation (en s.)	Durée pour 50 % de transform. (s.)
1	21,2	160	355
2	20,7	167	360
3	21,3	170	357
4	20,7	170	357
5	21	165	356

III.1.2.5 Reproductibilité des résultats de dilatométrie absolue en température variable

Une éprouvette en pyros est placée dans un tube en silice et subit des cycles de chauffages à 950°C suivis de refroidissements par trempe dans l'eau à 15°C.

Les variations de tension correspondant aux variations de longueur sont mesurées à l'aide d'un voltmètre numérique, lorsque l'indication de celui-ci s'est stabilisée. Elles sont voisines de 320 μ m. Les résultats sont consignés dans le tableau V.

TABLEAU V

	Tension avant chauffage (V)	Tension à 950°C	ΔV_1	Tension après trempe (V)	ΔV_2
1er cycle	0,0013	0,6234	0,6221	0,0018	0,6216
2ème cycle	0,0018	0,6181	0,6163	0,0034	0,6147
3ème cycle	0,0034	0,6280	0,6246	0,0037	0,6243
4ème cycle	0,0037	0,6332	0,6295	0,0039	0,6293
5ème cycle	0,0039	0,6270	0,6231	0,0024	0,6246

Pour de faibles variations de longueur, l'écart maximal entre les différentes valeurs atteint 0,0148 V soit 2,5 %. Il est comparable à l'écart obtenu en dilatométrie différentielle isotherme.

III.1.2.6 Sensibilité de mesure des variations de longueur en dilatométrie différentielle

Pour évaluer la sensibilité du dilatomètre, trois éprouvettes en acier contenant 1 % de carbone et 1,25 % de chrome, découpées dans la même barre, sont austénitisées à 1050°C pendant 30 minutes et trempées dans un bain métallique.

La première éprouvette est réservée à la mesure de l'amplitude totale de la transformation isotherme à 280°C, observée sur la courbe expérimentale $\Delta L = f(t)$ (figure 17).

Les deux autres éprouvettes sont également portées à la même température de traitement, mais la transformation est interrompue par trempe à l'eau lorsqu'elle atteint respectivement des taux d'avancement de 0,75 % et 5 %. La

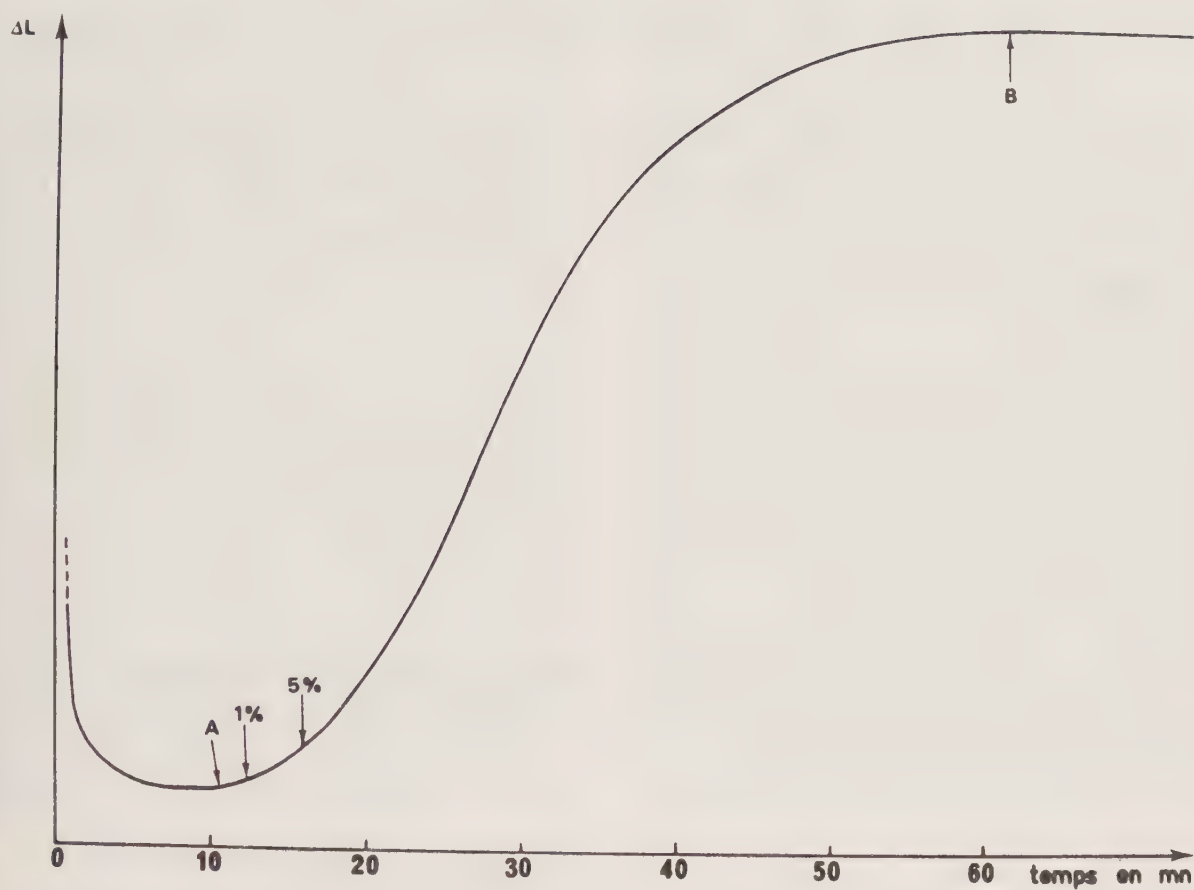


FIGURE 17

*Courbe dilatométrique de décomposition isotherme
de l'austénite à 280°C*

A - Début de transformation

B - Fin de transformation

Austénitisation : 1050°C pendant 10 minutes.

mesure directe sur les micrographies de la figure 18 des taux de transformation résultant de chacun de ces deux traitements donne des valeurs de 0,80 à 4,70 %, en bon accord avec celles qui ont été déterminées sur la courbe dilatométrique.

Le taux de 0,75 % se traduit sur la courbe par une déflexion de 1,5 mm. En tenant compte de l'épaisseur du trait de l'enregistreur (0,4 mm), nous pouvons déceler de façon sûre un taux d'avancement de la transformation sensiblement inférieur à 0,5 %.

Pour ces manipulations, nous avons choisi de réguler le bain métallique à 280°C. Dans ces conditions, le maintien en température s'effectue dans la zone de la courbe TTT₁ située sous le nez bainitique. Aussi nous ne risquons pas, lors de la trempe à l'eau, de faire apparaître d'autres types de transformations.

Plusieurs raisons nous ont interdit de déterminer la sensibilité de notre système dilatométrique monté en différentiel dans le cas des transformations en refroidissement continu.

1 - Il n'est pas toujours possible de déterminer sur la courbe expérimentale l'amplitude correspondant à une transformation complète de l'austénite puisqu'il n'y a pas toujours disparition totale de cette phase.

2 - Sauf dans quelques cas très particuliers, on ne peut obtenir la transformation complète de l'austénite en perlite ou en bainite puisqu'on ne peut concevoir de courbe de refroidissement qui ne traverse qu'un seul des domaines perlitique ou bainitique de la courbe TTT. Notons qu'il serait intéressant d'étudier l'influence de variations du processus de refroidissement sur les transformations. Notre dilatomètre se prêtera parfaitement à la poursuite de ce travail.

3 - Les constituants formés ont des densités et des coefficients de dilatation différents. Même si leurs proportions sont connues, l'exploitation des résultats expérimentaux devient sujette à des erreurs importantes de



FIGURE 18

Micrographies obtenues après décomposition de l'austénite d'un acier contenant 1 % de carbone et 1,25 % de chrome

a) Pour un taux de transformation égal à 0,75 %

b) Pour un taux de transformation égal à 5 %

Austénitisation : 1050°C pendant 10 minutes.

mesure de l'amplitude correspondant à un taux donné de la transformation à une température θ .

On ne peut extrapoler la courbe de contraction de l'austénite sous l'effet du refroidissement jusqu'à cette même température puisque les vitesses de refroidissement du pyros et de l'échantillon ne sont jamais strictement identiques. L'erreur qui en résulterait serait d'autant plus importante que la vitesse de refroidissement serait plus grande.

Nous nous sommes contenté de vérifier par micrographie, que l'apparition d'une très légère anomalie sur la courbe dilatométrique correspond à un très faible taux de transformation.

III.1.3 Conclusions

Nous avons montré par l'étude qui précède la bonne sensibilité du dilatomètre, associée à une précision très suffisante des mesures de variations de longueur. Nous avons vu en particulier que la précision de l'ensemble tant électrique qu'électronique, est de 1,5 %, si l'on n'effectue pas les corrections de non linéarité de réponse du capteur. Nous avons cependant déterminé que, pour l'ensemble du système dilatométrique, la précision n'atteint plus que 2,5 %. L'erreur supplémentaire doit être attribuée à des facteurs mécaniques tels que l'instabilité en position de l'échantillon, la légère détérioration de la silice et les frottements. Ces facteurs sont maîtrisables en partie par les soins très méticuleux que l'expérimentateur apporte au montage de l'ensemble. Il faut en particulier s'assurer de la bonne planéité des supports d'échantillons, du bon contact entre la tige-poussoir et l'éprouvette, de l'absence de frottements et de l'impossibilité de déplacements latéraux de la tige-poussoir.

III.2 - PERFORMANCES THERMIQUES

Les performances du dilatomètre sur le plan thermique dépendent d'une part des vitesses de refroidissement qu'il permet d'obtenir, d'autre part de la précision des mesures de température .

III.2.1 Mise en température d'austénitisation des échantillons

En l'absence de régulateur à programme, les chauffages sont réalisés en plaçant directement l'échantillon dans la zone chaude du four. Ceci exclut la mesure correcte des points AC_1 et AC_3 de transformation au chauffage.

Les temps de maintien à température d'austénitisation, indiqués dans la suite de notre travail sont comptés à partir de l'instant auquel le four principal arrive en position haute.

D'une manière générale, le temps de mise en température est voisin de 5 minutes. La température est réglée à $\pm 2^\circ\text{C}$ près.

III.2.2 Refroidissement et mise en température constante des échantillons

Le refroidissement s'effectue par immersion de l'éprouvette dans un bain métallique réglé.

III.2.2.1 Cas des tubes en silice

Lorsque l'échantillon est placé dans un tube en silice, le temps mis pour passer de la température initiale à la température de maintien dépend, pour un même bain métallique, du tube en silice dont l'épaisseur varie d'un tube à l'autre. Ils peuvent également être plus ou moins détériorés par une longue utilisation.

La vitesse maximale de refroidissement atteinte est en moyenne de 45°C/s . Dans le cas d'un abaissement de la température égal à 500°C , nous estimons qu'il faut environ 45 secondes pour que la chute de température de l'éprouvette atteigne 95 % de la valeur du refroidissement appliqué. La stabilisation de la température à la valeur de consigne est beaucoup plus longue, 500 secondes environ car les inerties thermiques du bain métallique et du four ne permettent pas l'élimination rapide de la chaleur sensible de l'équipage dilatométrique.

Cette durée peut cependant être ramenée à 100 secondes en provoquant préalablement à la trempe un abaissement de quelques degrés de la température du bain métallique.

Compte tenu de l'inertie des tubes, lorsque les phénomènes étudiés ont une période d'incubation courte, il est donc nécessaire d'utiliser les supports dilatométriques en forme d'étriers.

III.2.2.2 Cas des étriers

Dans ce cas, le refroidissement est beaucoup plus rapide. La vitesse maximum de refroidissement atteint environ 350°C/seconde. Dans le cas d'un abaissement de la température de 700°C, il suffit d'environ 5 secondes pour obtenir 95 % de cette valeur. Comme dans le cas précédent, la température de consigne est atteinte au bout de 500 secondes environ.

III.2.3 Cas du refroidissement en continu

III.2.3.1 Tubes en silice

Une grande variété de vitesses de refroidissement est obtenue en utilisant différents milieux de trempe conjugués à différents types d'écrans thermiques. On peut en plus, faire le vide dans l'enceinte dilatométrique ou introduire un gaz pour agir sur la convection naturelle.

Un certain nombre des lois de refroidissement obtenues sont tracées sur les courbes TTT_c du chapitre VI.

Les refroidissements les plus rapides sont obtenus par immersion des supports dilatométriques dans l'eau froide. Les vitesses maximales atteintes sont de l'ordre de 75°C/seconde. L'apparition du régime d'ébullition qui se traduit par une variation rapide de la vitesse de refroidissement se produit sur la silice à environ 750°C. Lorsqu'on effectue une dilatométrie différentielle, les deux supports ne subissent pas l'ébullition exactement au même

instant. Il en résulte des anomalies sur la courbe dilatométrique qui ne gênent pas les mesures car elles se produisent à une température élevée rapidement atteinte, où il ne se produit généralement pas de transformations, exception faite pour les aciers très alliés où l'on peut avoir une précipitation de carbures.

Les refroidissements les plus lents sont obtenus en coupant l'alimentation du four. Dans ce cas, la vitesse de refroidissement est d'environ 500°C/heure sur un intervalle de température compris entre 1000°C et 600°C.

Tout une gamme de refroidissements intermédiaires est obtenue par trempe à l'aide d'un jet de gaz ou par trempe à l'air. Dans ce cas, les vitesses de refroidissement obtenues sont modifiées en entourant les tiges dilatométriques soit par un manchon isolant plus ou moins épais constitué par une nappe de fibres réfractaires commercialisée sous le nom de Kaowool, soit en utilisant une gaine en silice (*figure 2*) qui vient coiffer les supports dilatométriques.

Pour obtenir des refroidissements lents et afin de ne pas trop allonger le temps de mise en température d'austénitisation, il est préférable d'utiliser une gaine en silice plutôt qu'un manchon épais en kaowool.

En effet, le gros tube en silice, peut se déplacer avec le four et être ainsi chauffé préalablement à la manipulation.

III.2.3.2 Cas des étriers en silice

L'emploi des refroidissements rapides est délicat et nécessite de nombreuses précautions.

Pour ces expériences, nous avons été amené à modifier la forme des éprouvettes. Ce sont toujours des cylindres de 20 mm de hauteur et 4 mm de diamètre, percés d'un trou de 3 mm mais, afin d'éviter toute entrée du liquide

de trempe dans l'alésage, la partie supérieure de l'éprouvette est prolongée par un tube de 25 mm de longueur et 1,6 mm de diamètre percé d'un trou de 1mm. Sa partie inférieure est taraudée et reçoit une vis de 2 mm d'épaisseur faite dans le même alliage. Le couple thermoélectrique chemine à l'intérieur de l'échantillon dans une perle réfractaire bifilaire de 0,8 mm de diamètre.

La figure 19 donne les courbes de variations de la température en fonction du temps pour trois milieux de trempe.

La courbe 1 correspond à une trempe à l'eau. Pendant l'ébullition nucléée, la vitesse de refroidissement maximale atteint 2900°C/s .

La courbe 2 correspond au refroidissement dans un bain métallique. La température décroît très régulièrement, la vitesse maximale étant voisine de 350°C/s .

Pour une trempe à l'huile (courbe 3) la vitesse atteint 900°C/s . mais le pouvoir de refroidissement de l'huile diminue lorsque la vaporisation cessant, on passe en régime de convection naturelle, ce qui explique l'anomalie observée sur la courbes vers 350°C qui correspond, pour l'acier étudié, à un début de transformation de l'austénite.

L'utilisation d'autres milieux de trempe devrait permettre d'étendre le domaine des lois de refroidissements réalisés.

III.2.4 Précision des mesures de température

La mesure de la température est effectuée à l'aide d'un thermocouple dont la soudure chaude est située sur l'échantillon. Il est bien entendu nécessaire de connaître la température de la soudure froide qui, en pratique, est celle de l'enceinte dilatométrique. On peut la considérer comme constante pendant la durée d'une expérience. Il est également nécessaire de veiller à la bonne isolation électrique des fils et, en particulier, à l'absence de tout dépôt plus ou moins conducteur sur les isolateurs.

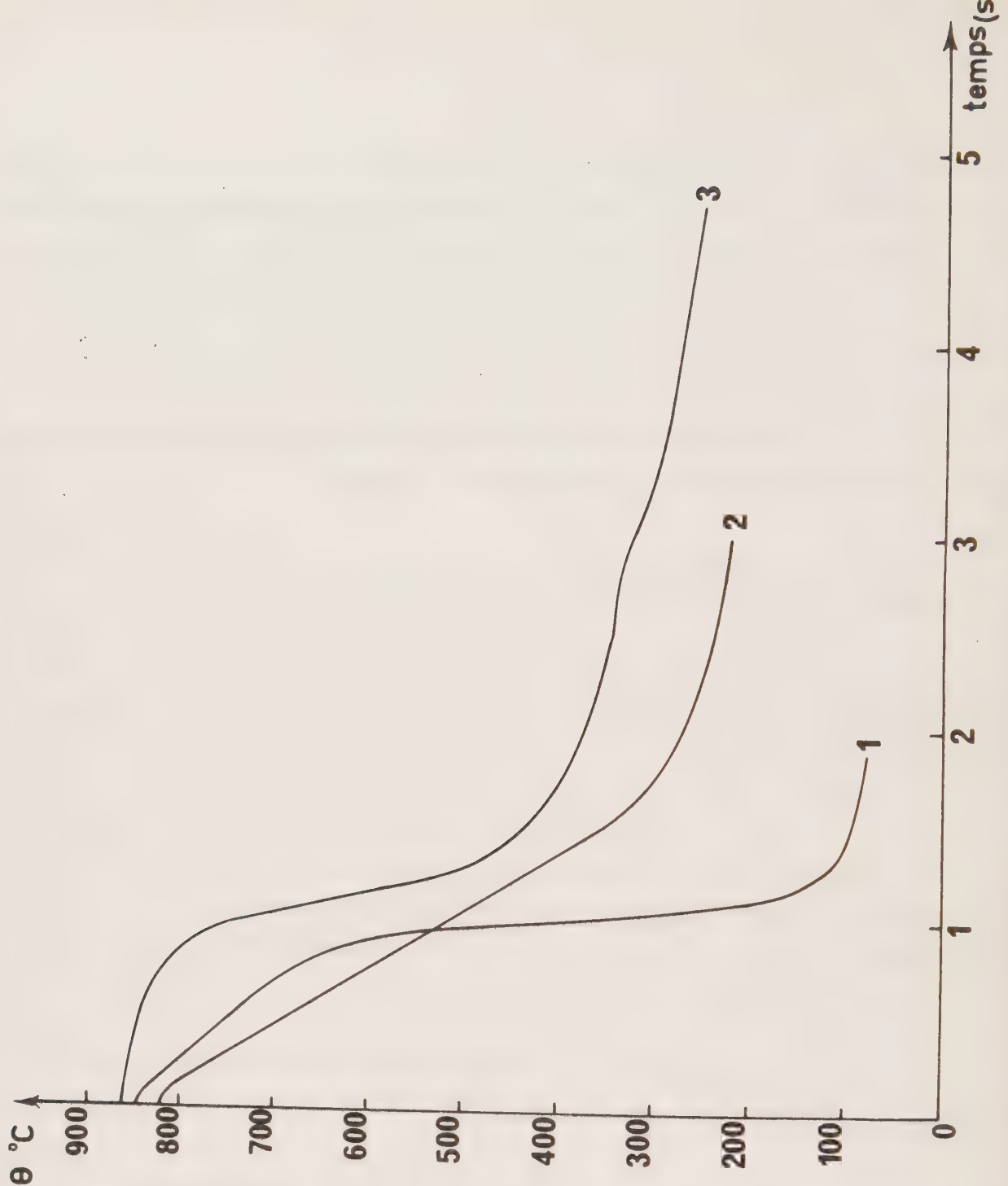


FIGURE 19

Courbes de variations de la température en fonction du temps, d'un acier contenant 1 % de carbone.

- 1 - Trempe à l'eau
- 2 - Trempe dans un bain métallique
- 3 - Trempe à l'huile

Au cours des transformations en régime isotherme, la mesure de la température ne pose pas de problèmes puisque l'ensemble du système se trouve à une température uniforme.

Il en va tout autrement au cours d'un refroidissement. Les différents composants du système n'ayant pas la même inertie thermique, ne se trouvent plus à la même température.

Il en résulte des gradients de température qui font que, d'une part on ne peut plus définir la température de l'ensemble de l'éprouvette, mais seulement celle du point où l'on fait la mesure et que d'autre part, les échanges de chaleur entre le couple et l'échantillon peuvent se faire d'une manière telle que la soudure chaude soit à une température différente de celle du point de mesure.

III.2.4. 1 Température de l'éprouvette

Il faut introduire la notion de température moyenne θ_m de l'éprouvette qui permet de calculer l'écart de température entre sa face externe et sa face interne (18).

Compte tenu de la faible épaisseur e de l'échantillon, les parois de celui-ci peuvent être assimilées à des éléments plans et parallèles. Dans ce cas le gradient de température à la surface du métal s'écrit simplement :

$$\left(\frac{d\theta}{dx}\right)_s = \frac{\Delta\theta}{e}$$

Si λ est la conductibilité thermique de l'acier, il en résulte à travers la surface s de l'éprouvette un flux de chaleur superficiel :

$$(\phi)_s = - \frac{\lambda \Delta\theta s}{e} \quad (1)$$

qui provoque le refroidissement de l'éprouvette. A ce flux correspond la valeur de la vitesse de refroidissement introduite par la relation :

$$(\phi)_s = \left(\frac{d\theta}{dt}\right)_m \rho V c \quad (2)$$

ρ étant la masse volumique du métal

V son volume

c sa chaleur massique

En égalant (1) et (2)

$$\Delta\theta = \left(\frac{d\theta}{dt}\right)_m \frac{\rho V c e}{\lambda s}$$

ou

$$\Delta\theta = K \left(\frac{d\theta}{dt}\right)_m$$

L'écart de température entre la face interne et la face externe de l'éprouvette est une fonction linéaire de la vitesse de refroidissement.

Dans le cas de nos éprouvettes, K est de l'ordre de 2.10^{-2} .

Donc pour des refroidissements rapides par exemple de 2000°C/s . l'écart de température entre les points les plus froids et les points les plus chauds atteint 40°C . Cette erreur n'est plus de $1,5^{\circ}\text{C}$ dans le cas des refroidissements les plus rapides que permettent les tubes en silice.

III.2.4.2 Echange de chaleur entre le couple thermoélectrique et l'éprouvette

Dans le cas limite où les fils du couple thermoélectrique sont perpendiculaires à la surface de l'éprouvette à laquelle ils sont soudés, les pertes par conduction de la chaleur dans les fils introduisent une erreur $\Delta\theta$ sur la mesure de la température (19) :

$$\Delta\theta = \frac{\pi d \epsilon \sqrt{\lambda h d}}{2ks + \pi d \epsilon \sqrt{\lambda h d}} \theta_s$$

θ_s est la température superficielle du solide

d le diamètre du fil

ϵ l'épaisseur de la couche intermédiaire entre le thermocouple et l'échantillon

- k la conductivité thermique de cette couche
- h le coefficient d'échange de chaleur entre le couple et le milieu extérieur
- s l'aire de contact entre la surface de l'éprouvette et le couple thermoélectrique

Cette relation a été établie pour un modèle simplifié. Elle montre que l'on a intérêt à assurer le meilleur contact possible entre l'échantillon et le couple thermoélectrique et que ce contact doit se faire par l'intermédiaire de la plus grande surface possible. On constate également que les fils du thermocouple doivent être aussi fins que possible.

G. Beck (18) a montré que pour ce cas limite, avec un couple thermoélectrique du type utilisé, l'erreur sur la mesure de température peut atteindre 30 % lorsque l'échantillon est à 800°C.

En réalité, nos conditions expérimentales sont beaucoup plus favorables puisque le fil du couple thermoélectrique circule à l'intérieur d'une enceinte qui est à une température peu différente de celle de l'éprouvette.

Le modèle précédent ne peut suffire à décrire ce qui se passe en réalité dans le dilatomètre pendant la trempe puisque plusieurs données ne peuvent être connues mais il nous permet de choisir les conditions expérimentales les plus favorables.

C'est pour les raisons que nous venons de mettre en évidence que nous utilisons des fils de thermocouples très fins (0,15 mm de diamètre) qui cheminent à l'intérieur de l'échantillon. Ils sont fixés à la base de celui-ci par une soudure qui permet un contact de grande surface et de bonne qualité.

CHAPITRE IV

RESULTATS EXPERIMENTAUX

IV.1 - ASPECT DES COURBES

Nous donnons dans ce chapitre quelques exemples de résultats obtenus à l'aide de la méthode différentielle.

IV.1.1 Transformation de l'austénite à température constante

Le profil de cette courbe a déjà été donné au chapitre III.1.2.6 (*figure 17*).

IV.1.2 Courbe dilatométrique obtenue en température lentement croissante ou décroissante

L'absence de moyen de programmation de la montée et de la descente en température ne nous a pas permis de tracer des courbes dans le cas des refroidissements lents mais à vitesse constante.

C'est en pratique la vitesse de chauffage ou de refroidissement du four lorsque l'on ferme ou que l'on ouvre un circuit d'alimentation qui impose la loi de variation de la température subie par l'échantillon.

Les dilatométries 1 et 2 reproduites sur *la figure 20* correspondent à un échantillon de ferrite (fer Armco) contenant moins de 0,02 % de

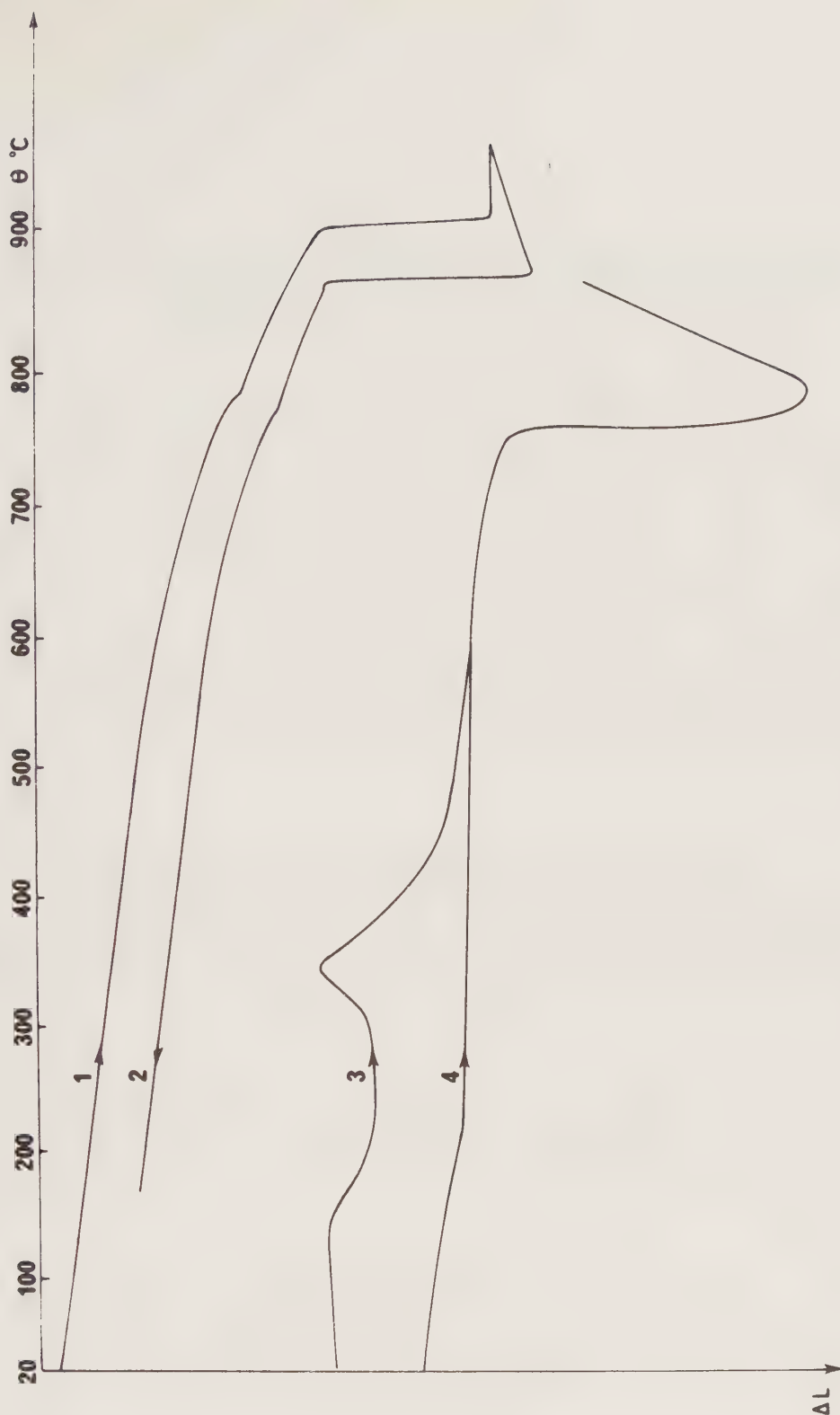


FIGURE 20

Courbes en dilatométrie différentielle

- 1 - Sur du fer Armco : chauffage 500°C/heure
- 2 - Sur du fer Armco : refroidissement 500°C/heure
- 3 - Sur un acier eutectoïde trempé : chauffage 2500°C/heure
- 4 - Sur un acier eutectoïde recuit : 2500°C/heure

carbone. La température varie d'environ 500°C/heure. Sur ces courbes expérimentales, on remarque, vers 760°C, une anomalie correspondant au point de Curie.

Au chauffage (courbe 1), les changements de pente correspondant aux points AC_1 et AC_3 de début et fin de transformation sont très visibles.

Au refroidissement (courbe 2), on observe, à la fin de la transformation de la phase γ , la présence d'une petite pointe due à l'écart de température, donc de longueur, entre le pyros et l'échantillon. En effet, ce dernier, qui a subi le phénomène de recalescence, tend à se remettre en équilibre thermique avec le témoin.

A ce propos on notera que, contrairement au dilatomètre Chévenard, les phénomènes thermiques dus aux transformations de l'échantillon, sont très bien observés puisque la température est mesurée directement sur l'échantillon et non par l'intermédiaire d'un étalon.

Les courbes 3 et 4 représentent des dilatométries en température croissante (2500°C/heure) effectuées sur un acier eutectoïde.

La courbe 3 correspond à un échantillon trempé dans l'eau depuis 950°C. La pente de la courbe positive au départ, correspond à la dilatation de l'austénite résiduelle et de la martensite. On observe ensuite la décomposition successive de ces deux constituants. La position du point AC_1 , rejeté vers 750°C, montre bien que le métal n'est pas dans les conditions d'équilibre. Cela se traduit par la légère diminution de la température de l'échantillon au cours de la transformation allotropique.

La courbe 4 est celle d'un échantillon recuit. L'inflexion de la courbe vers 210°C correspond au point de Curie de la cémentite.

IV.1.3 Courbes dilatométriques en température rapidement décroissante

Sur *la figure 21*, nous avons reporté les courbes dilatométriques au refroidissement d'un acier contenant 1 % de carbone et 1,50 % de chrome obtenues après austénitisation à 850°C. La vitesse de refroidissement est comprise entre 1 et 70°C/seconde.

La courbe 1 correspond à la transformation complète de l'austénite en perlite. On remarque très nettement l'échauffement de l'échantillon pendant la transformation.

La courbe 2 montre une transformation perlitique partielle suivie par la formation d'un peu de bainite vers 400°C, qui se traduit par une petite anomalie sur la courbe. Vers 200°C, débute la transformation martensitique.

Le refroidissement correspondant à la courbe 3 conduit à une structure comprenant un peu de perlite et de bainite, avec une grande quantité de martensite.

Pour un refroidissement plus rapide, il n'y a pas de formation de perlite, seules subsistent la bainite et la martensite (courbe 4)

Enfin, l'échantillon correspondant à la courbe 5 est entièrement martensitique.

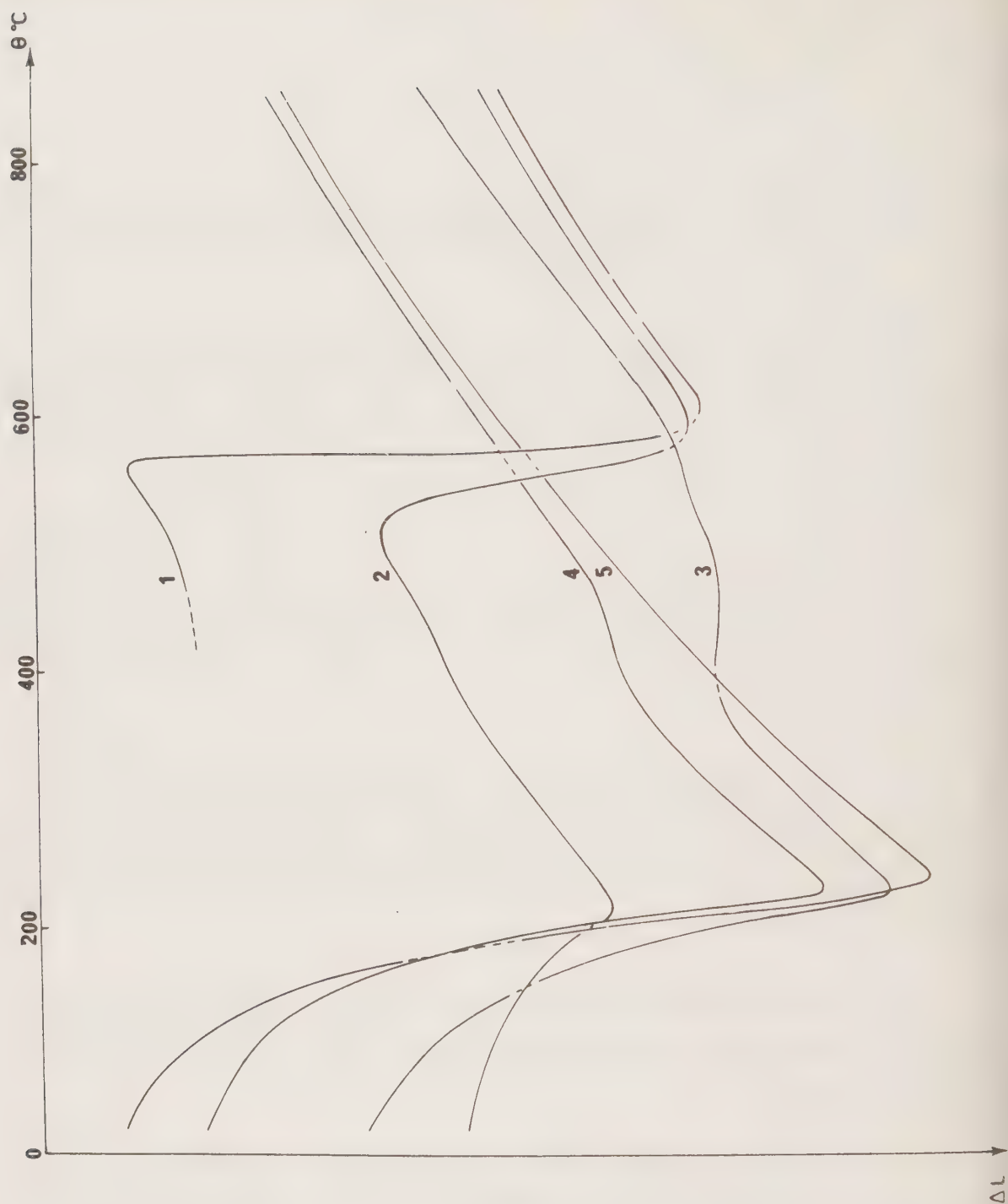


FIGURE 21

Courbes en dilatométrie différentielle pour différentes vitesses de refroidissement d'un acier à 1 % de carbone et 1,50 % de chrome.

(Les courbes sont classées dans l'ordre des vitesses de refroidissement croissantes)

Sur ces courbes, il faut remarquer l'abaissement de la température du point M_s lorsque le taux de transformation perlitique et bainitique augmente.

On remarque également que le changement de pente correspondant au début de la transformation martensitique est très prononcé.

En revanche, dans le cas des aciers dont la composition n'est pas homogène comme par exemple, ceux qui ont subi un traitement thermochimique superficiel, la courbe dilatométrique présente un arrondi d'assez grand rayon.

IV.2 - DETERMINATION EXPERIMENTALE DES TEMPS ET TEMPERATURES DE DEBUT ET DE FIN DE LA TRANSFORMATION

IV.2.1 Transformation à température constante

La température, mesurée par un couple thermoélectrique soudé sur l'éprouvette, est enregistrée sur l'une des voies de l'enregistreur double à suiveur de spot dont l'autre voie trace la courbe dilatométrique (*figure 17*).

La durée d'incubation de la transformation est repérée sur la courbe dilatométrique entre le point $t = 0$ où on a trempé l'éprouvette et l'instant où la courbe cesse d'être rectiligne (A). La précision de cette mesure est d'autant plus grande que la durée d'incubation augmente et que la cinétique de transformation est lente.

La précision de la détermination graphique du temps varie donc d'une expérience à l'autre puisqu'elle peut aller de moins de 1 % à environ 5 %.

A la fin de la transformation, la courbe dilatométrique tend vers une limite horizontale et il est difficile de déterminer, de manière exacte, le moment où la transformation est terminée (B). En revanche, la mesure du temps correspondant à un taux d'avancement donné est plus précise puisque l'erreur n'ex-
cède pas, en général, 1 % .

IV.2.2 Transformation poursuivie en température variable

IV.2.2.1 Détermination des températures de début et fin de transformation

La température est déterminée graphiquement sur la courbe de variation de la longueur en fonction de la température, avec une erreur qui n'atteint pas 2°C.

La détermination sur la courbe dilatométrique de la position des points de début et de fin de transformation est beaucoup moins précise.

D'une manière générale, les modifications structurales se traduisent sur les courbes par un changement de pente. Lorsque ce dernier est bien marqué, la détermination est aisée. C'est souvent le cas du point M_s de début de la transformation martensitique.

Cependant, dans la plupart des cas, le changement de pente s'effectue avec une courbure de plus ou moins grand rayon. Il est donc nécessaire d'adopter un critère de détermination du point recherché :

- point de courbure minimum
- point de rencontre des tangentes prises de part et d'autre du coude
- point où la courbe quitte le tronçon rectiligne
- point où la bissectrice de l'angle formé par les deux tangentes rencontre la courbe
- point de tangence avec une droite faisant avec l'axe des températures un angle de 30° (20)
- point où le prolongement de la droite tracée dans l'axe du segment rectiligne recoupe le bord extérieur du tronçon curviligne (21)

En réalité, aucune méthode ne permet une détermination précise.

A Kohn (21) montre que les écarts sur la température du point de transformation AC_1 mesuré dans différents laboratoires, atteint 14°C.

Pour l'étude des transformations en refroidissement continu, nous avons choisi de prendre systématiquement pour point de début de transformation, le point de rencontre d'une partie curviligne de la courbe avec le tronçon rectiligne qui le précède. Lorsque deux transformations se succèdent l'une se terminant, l'autre débutant, nous prenons le point d'inflexion de la courbe.

A défaut de la température réelle de début ou de fin de transformation, nous ne pouvons pas estimer l'erreur absolue commise. Nous ne pouvons tenir compte que du critère de reproductibilité. Dans le meilleur des cas, c'est-à-dire pour la détermination du point M_s , l'écart à la reproductibilité en température n'excède pas 2 à 3°C.

IV.2.2.2 Détermination des temps de début et de fin de transformation

Les temps sont mesurés en reportant les températures des points de transformation sur la courbe des variations de la température en fonction du temps, enregistrée simultanément avec la courbe dilatométrique (*figure 22*).

Nous avons préféré utiliser cette technique de détermination du temps à celle que l'on trouve sur certains dilatomètres et qui consiste à provoquer un relèvement de la plume à intervalles réguliers. En effet, la courbe obtenue dans ce cas est en pointillés qui sont d'autant plus rapprochés que la vitesse de refroidissement devient de plus en plus lente. Le trait correspondant à la fin de la manipulation devient pratiquement continu et la détermination des temps devient très délicate.

IV.3 - COMPARAISON DES RESULTATS OBTENUS EN THERMODILATOMETRIE ASOLUE ET EN THERMODILATOMETRIE DIFFERENTIELLE

Nous avons effectué des expériences en traçant simultanément la courbe de dilatométrie absolue et la courbe de dilatométrie différentielle. Ces expériences ont été réalisées dans le cas de transformations à température constante et dans le cas de transformations en température variable. Nous avons

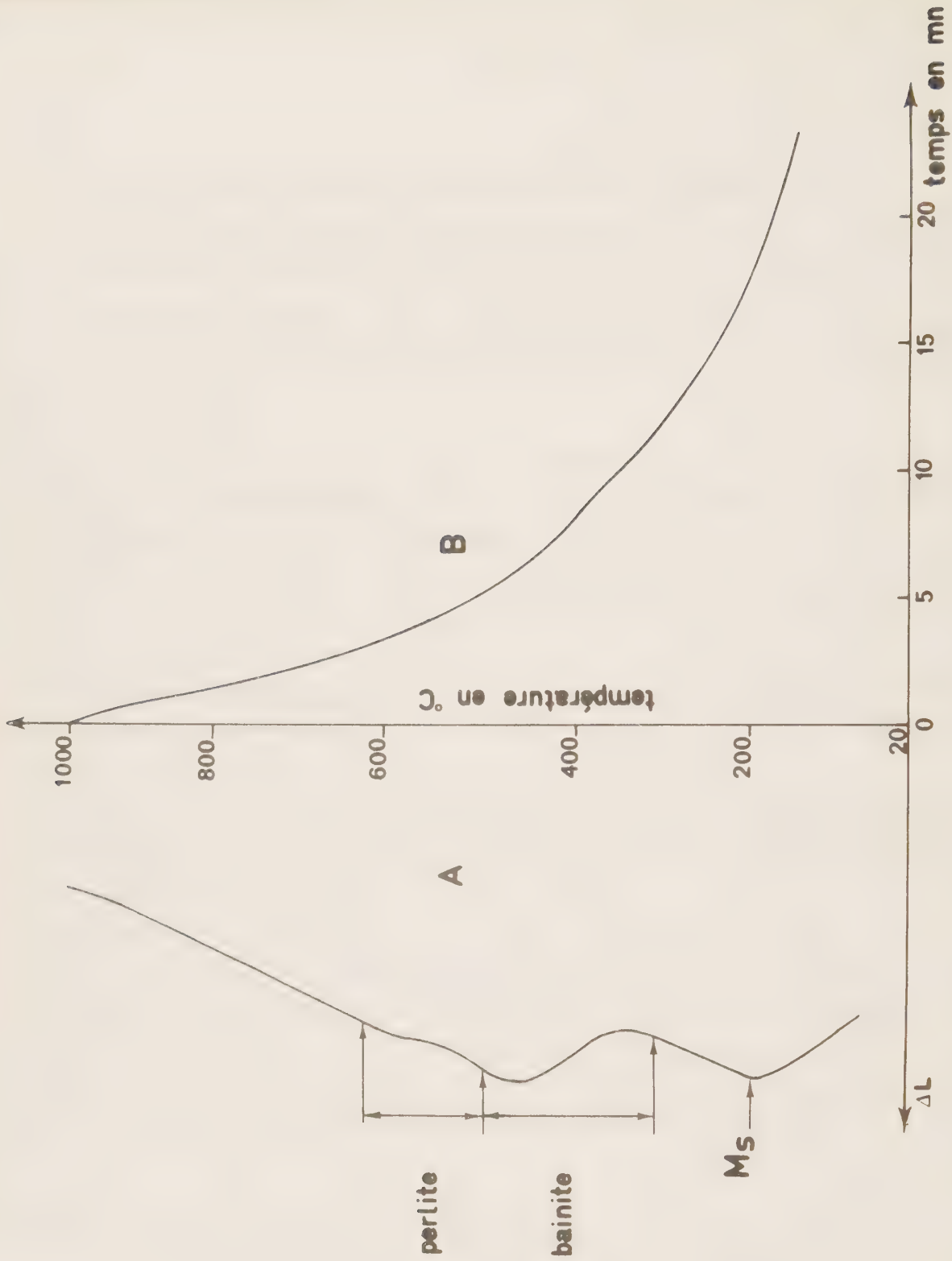


FIGURE 22

Variations de la longueur et de la température au cours d'un refroidissement continu

A - Courbe de variations de la longueur en fonction de la température

B - Courbe de variations de la température en fonction du temps

également enregistré au cours d'une manipulation ultérieure, les courbes de variations de la température en fonction du temps obtenues dans les mêmes conditions expérimentales.

Les tensions correspondant aux variations des différences de longueur entre l'échantillon et le pyros sont mesurées à la sortie de l'amplificateur du convertisseur de signaux.

Les tensions correspondant à la longueur de l'échantillon sont d'abord amplifiées puisqu'il n'est pas possible de relier directement le démodulateur à l'enregistreur à cause de la trop faible résistance d'entrée de celui-ci.

IV.3.1 Transformation en température constante

La figure 23 correspond à la transformation isotherme de l'austénite d'un acier carbonitruré contenant 0,55 % de carbone, 0,17 % d'azote, 1 % de chrome et 0,20 % de molybdène. Après une austénitisation de 15 minutes à 1000°C, l'échantillon et le pyros sont immergés dans un bain métallique régulé à 350°C.

La transformation bainitique est révélée environ 30 secondes plus tôt sur la courbe (1) obtenue en dilatométrie différentielle que sur la courbe (2) obtenue en dilatométrie absolue. Cet écart est surtout dû au fait que la transformation commence alors que la température de l'échantillon n'est pas encore stabilisée. En effet, en dilatométrie absolue, la contraction de la phase γ lors du refroidissement se superpose à la dilatation due à la transformation.

La pente de la courbe ne devient positive que lorsque l'expansion due à la transformation l'emporte sur la contraction.

Ce fait n'existe évidemment pas dans le cas d'une méthode différentielle où l'on compense presque entièrement la diminution de longueur de l'éprouvette, due au refroidissement.

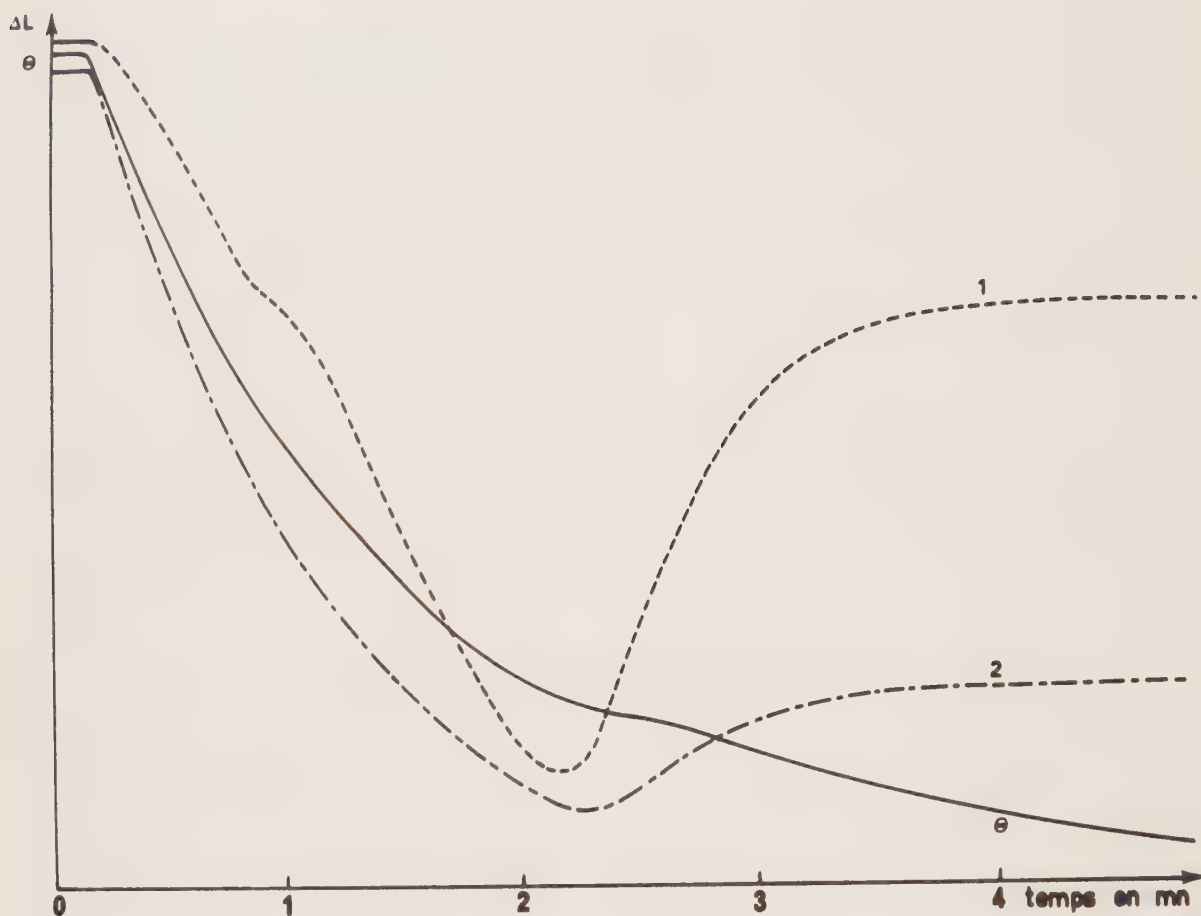


FIGURE 23

Courbes de variations de longueur en fonction du temps et en température constante (350°C) d'une couche carbonitrurée.

1 - Dilatométrie différentielle

2 - Dilatométrie absolue

Austénitisation : 1000°C pendant 15 minutes

Le début de la transformation est ainsi détecté plus tôt. De plus, la méthode différentielle permet d'utiliser une plus grande amplification pour une même déviation lue sur l'enregistreur, ce qui a pour résultat d'améliorer la sensibilité.

IV.3.2 Transformation en température variable

La figure 24 correspond au refroidissement à l'air d'un échantillon de même nature ayant subi la même austénitisation que le précédent.

La courbe (1) d'analyse thermodilatométrique différentielle présente deux anomalies correspondant aux transformations perlitique et bainitique.

La courbe (2) correspond à l'analyse thermodilatométrique absolue. Nous ne distinguons pratiquement pas la transformation perlitique et la transformation bainitique apparaît avec un léger retard par rapport à la courbe (1).

Il ressort de ces expériences que l'utilisation de la méthode différentielle est préférable pour déterminer les temps et les températures de début et de fin de transformation. On ne peut cependant pas mesurer à l'aide de cette méthode les taux d'avancement de la transformation.

La dilatométrie différentielle ne permet cette détermination qu'en dilatométrie isotherme puisqu'alors l'étalon ne subit pas de variations de longueur. L'ensemble de mesure voit alors les phénomènes se dérouler lorsque la température est devenue constante comme s'il était connecté en dilatométrie absolue.

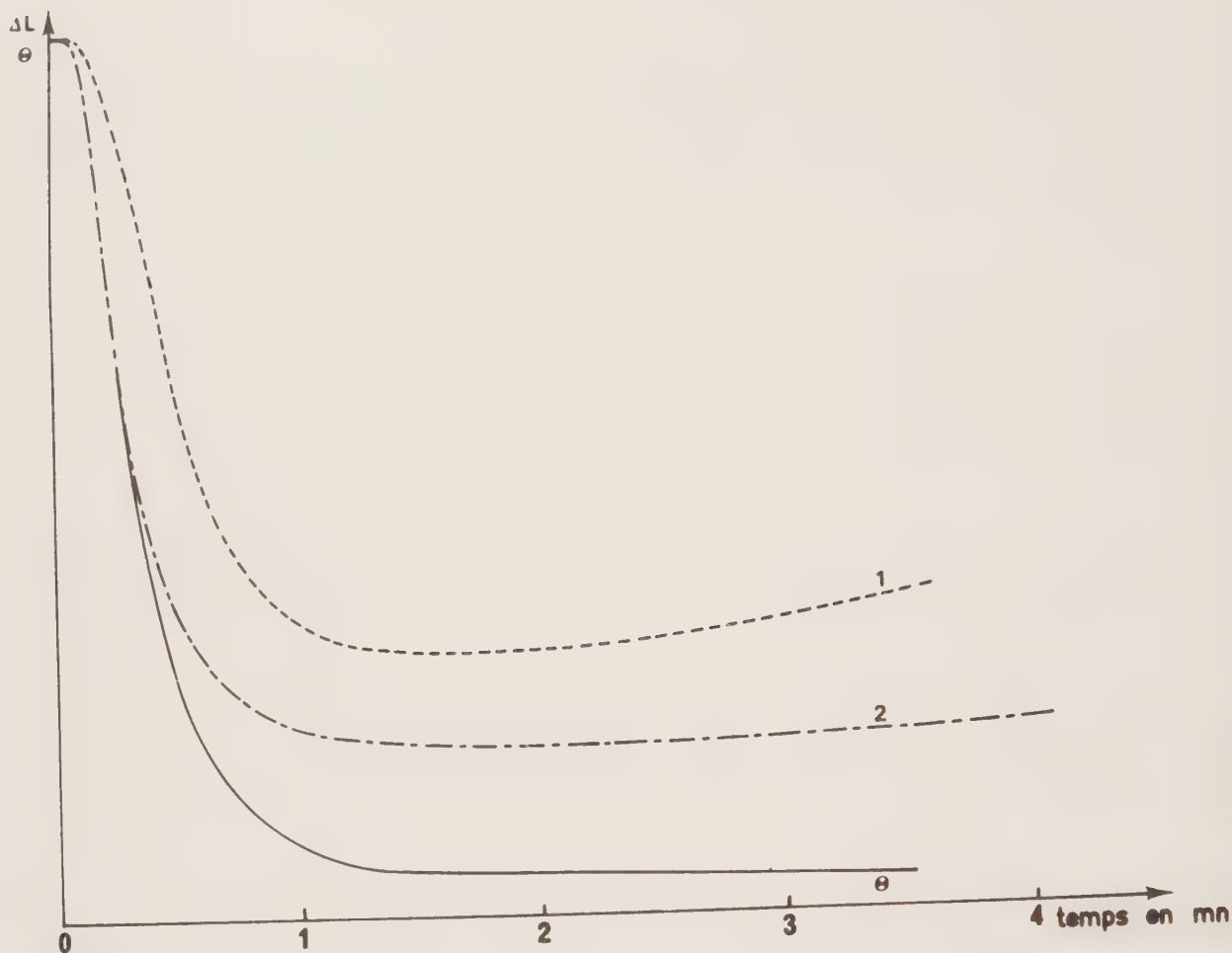


FIGURE 24

*Courbes dilatométriques en refroidissement continu
d'une couche carbonitrurée*

1 - Dilatométrie différentielle

2 - Dilatométrie absolue

Austénitisation : 1000°C pendant 15 minutes

CHAPITRE V

EXEMPLES DE DETERMINATION DE LA TEMPERATURE DU POINT M_s DE DEBUT DE TRANSFORMATION MARTENSITIQUE DES ACIERS.

V.1 - METHODE D'ETUDE

Dans le cas d'un acier de composition homogène, se sont les zones périphériques de l'échantillon qui, à cause des gradients apparus lors du refroidissement de l'austénite, subissent en premier la transformation martensitique. Il s'établit en effet entre le bord et le centre de l'échantillon, où est mesurée la température, un gradient de température d'autant plus important que le refroidissement est rapide. Afin de limiter l'erreur de mesure de la température, nous avons cherché à obtenir une grande vitesse de refroidissement jusqu'à une température un peu supérieure à celle du point M_s , puis à franchir ce dernier aussi lentement que possible.

Pour cela il faut, bien entendu, que la vitesse de refroidissement n'ait pas d'influence sur la valeur de la température du point M_s . Des études menées par magnétométrie (22-23-24) montrent qu'il faut atteindre des vitesses de l'ordre de 5000°C/s . pour obtenir un déplacement mesurable du point M_s .

Nos expériences sont donc réalisées en montant les éprouvettes sur les supports dilatométriques en forme d'étriers. A l'issue de l'austénitisation, elles sont trempées dans un bain métallique, ou éventuellement dans l'eau. On interrompt le refroidissement lorsque la température ne dépasse plus que d'environ 50°C la température du point M_s calculée par une formule empirique (25-26-27-28).

Le refroidissement est poursuivi à l'air calme à une vitesse d'environ 1°C/s .

Cette méthode n'est évidemment pas applicable aux aciers de faible trempabilité pour lesquels il est nécessaire d'avoir recours à un refroidissement continu par trempe à l'eau.

Lorsque la température du point M_s est inférieure à la température ambiante, le refroidissement est poursuivi dans un manchon plongé dans l'azote liquide.

Dans ce cas, pour obtenir une mesure correcte de la température, il est nécessaire, lorsque l'échantillon est à la température ambiante de remplacer par un couple thermoélectrique utilisé à cette seule fin, celui qui a servi pendant l'austénitisation.

V.2 - INFLUENCE DE LA TEMPERATURE D'AUSTENITISATION

Nous avons mesuré la température de début de la transformation martensitique d'aciers contenant des éléments d'addition dont les carbures ne se dissolvent que lentement dans l'austénite.

V.2.1 Cas d'un acier contenant 1 % de carbone et 1,25 % de chrome.

La figure 25 représente les variations de la température du point M_s en fonction de la température d'austénitisation pour un maintien constant de 10 minutes.

La première partie de la courbe décroît rapidement de manière sensiblement linéaire. L'abaissement de la température du point M_s correspond à la dissolution des carbures et à l'enrichissement simultané de la matrice austénitique. Ensuite, la courbe s'infléchit et tend vers une droite parallèle à l'axe des températures située à 170°C environ. Ceci traduit le passage d'un domaine biphasé $\gamma + \text{carbures}$ à un domaine monophasé γ .

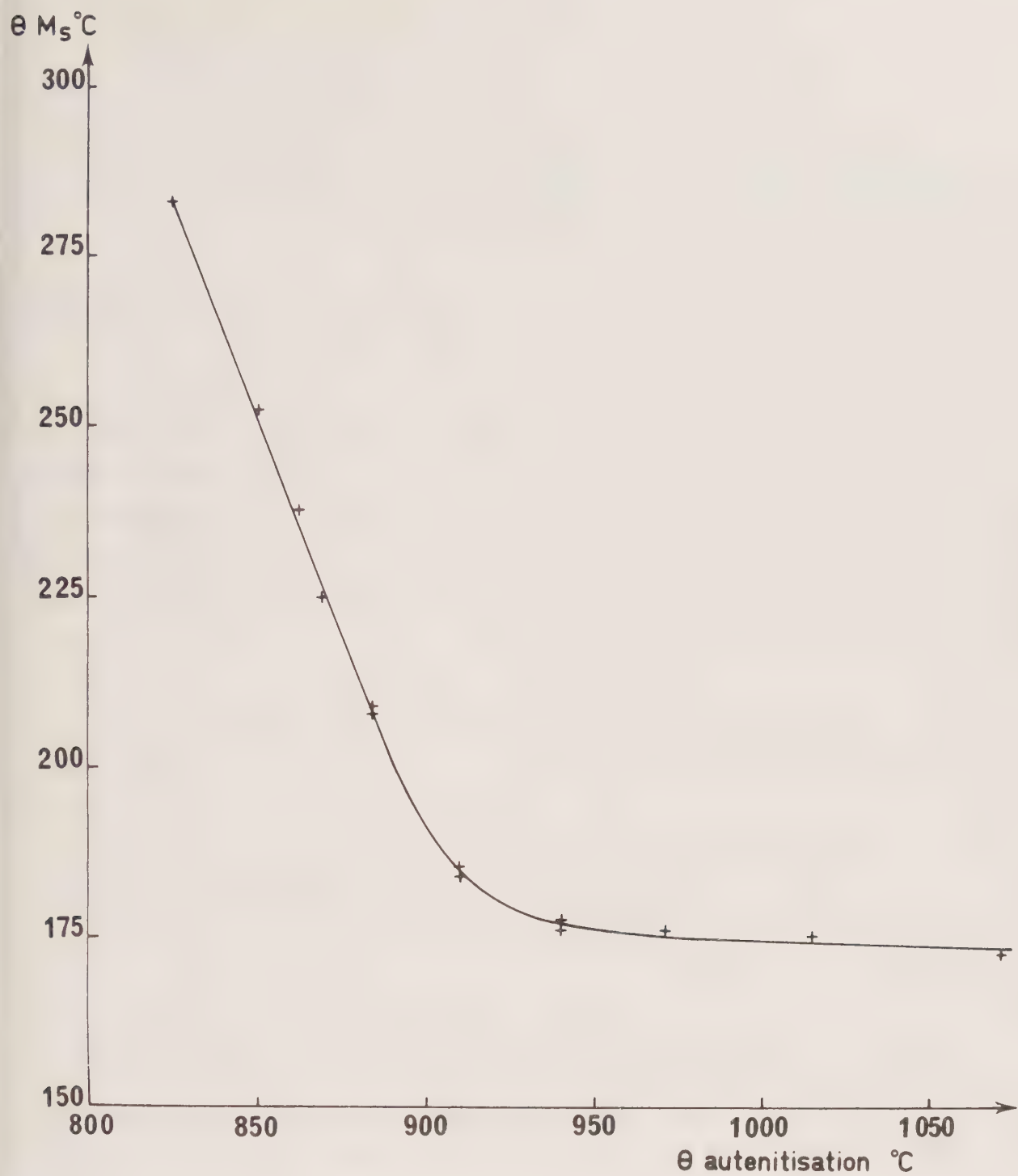


FIGURE 25

Variations de la température du point M_s , en fonction de la température d'austénitisation, d'un acier contenant 1 % de carbone et 1,25 % de chrome.

En réalité, les conditions d'équilibre ne sont pas réalisées pour une durée d'austénitisation de 10 minutes. En effet, si le maintien est effectué à 1070°C, la température du point M_s passe de 170°C pour une durée de 10 minutes à 162°C après un maintien de 40 minutes.

V.2.2 Cas d'un acier contenant 1,9 % de carbone et 13 % de chrome

Dans ce cas, la courbe de variation de la température du point M_s en fonction de la température d'austénitisation est une droite (*figure 26*). L'absence de point d'inflexion montre que dans le domaine des températures étudiées, on ne traverse pas de ligne de transformation correspondant à la saturation de l'austénite. La coupe du diagramme Fe-C-Cr établie pour cette composition montre que l'austénitisation conduit à un domaine biphasé composé d'austénite et de carbures de chrome du type M_7C_3 .

Notons que pour des températures d'austénitisation supérieures à 1150°C, le point M_s devient inférieur à 0°C.

V.2.3 Cas d'un acier à outils

La *figure 27* est relative à un acier contenant 1,40 % de carbone, 0,30 % de silicium, 0,40 % de manganèse, 4 % de chrome, 5 % de tungstène, 5 % de molybdène et 2 % de vanadium.

La température du point M_s diminue encore de façon sensiblement linéaire, mais beaucoup moins rapidement que dans le cas précédent. Ce fait, dû à l'existence dans la matrice austénitique de carbures plus stables que les carbures de chrome est lié à la présence de tungstène et surtout de vanadium.

V.3 - INFLUENCE D'UNE TRANSFORMATION PARTIELLE DE L'AUSTENITE SUR LA TEMPERATURE DU POINT M_s

A l'issue de l'austénitisation, l'échantillon est immergé dans un bain métallique régulé en température. La courbe dilatométrique en conditions isothermes permet de déterminer la durée de maintien nécessaire pour obtenir

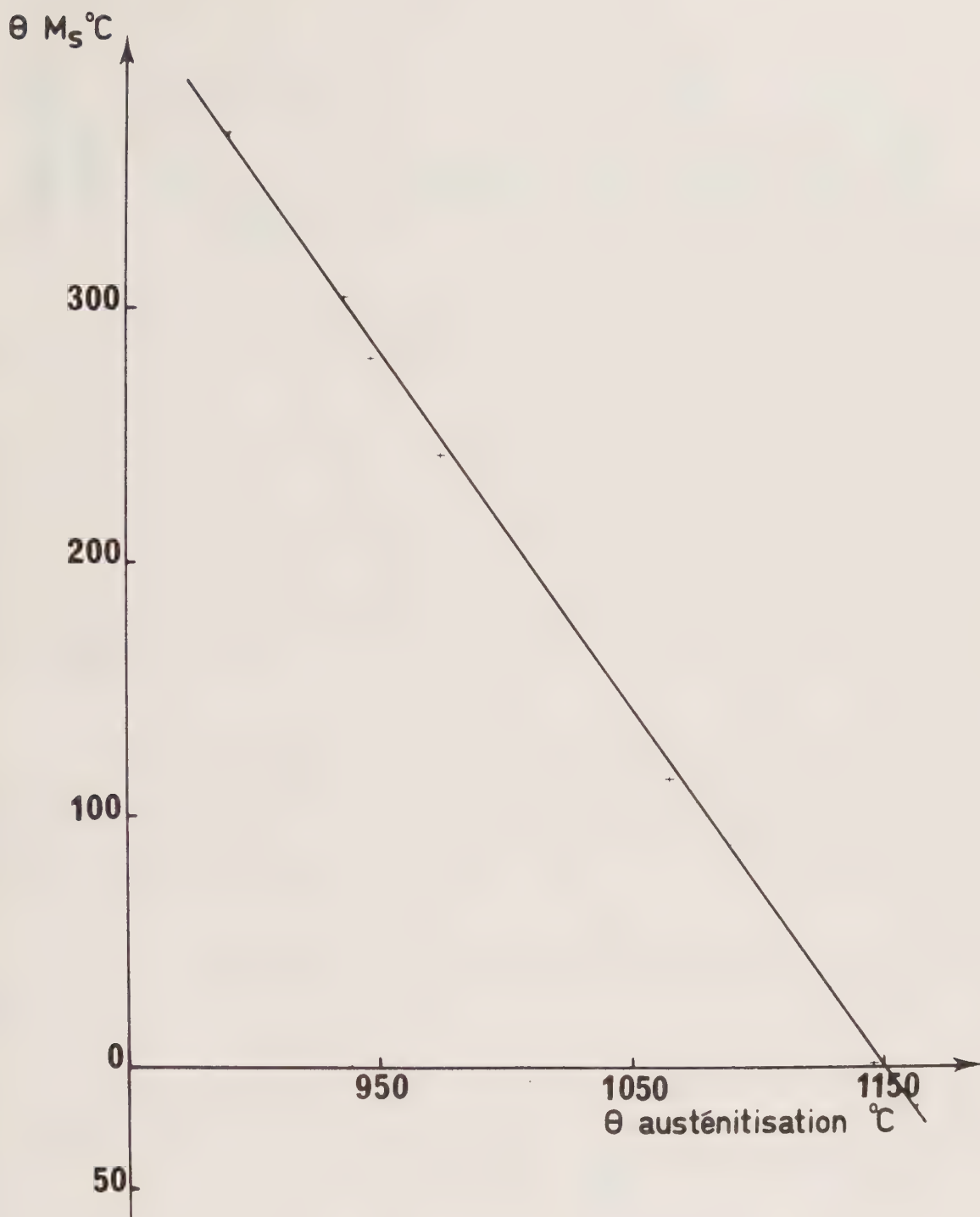


FIGURE 26

Variations de la température du point M_s , en fonction de la température d'austénitisation, d'un acier contenant 1,9 % de carbone et 13 % de chrome.

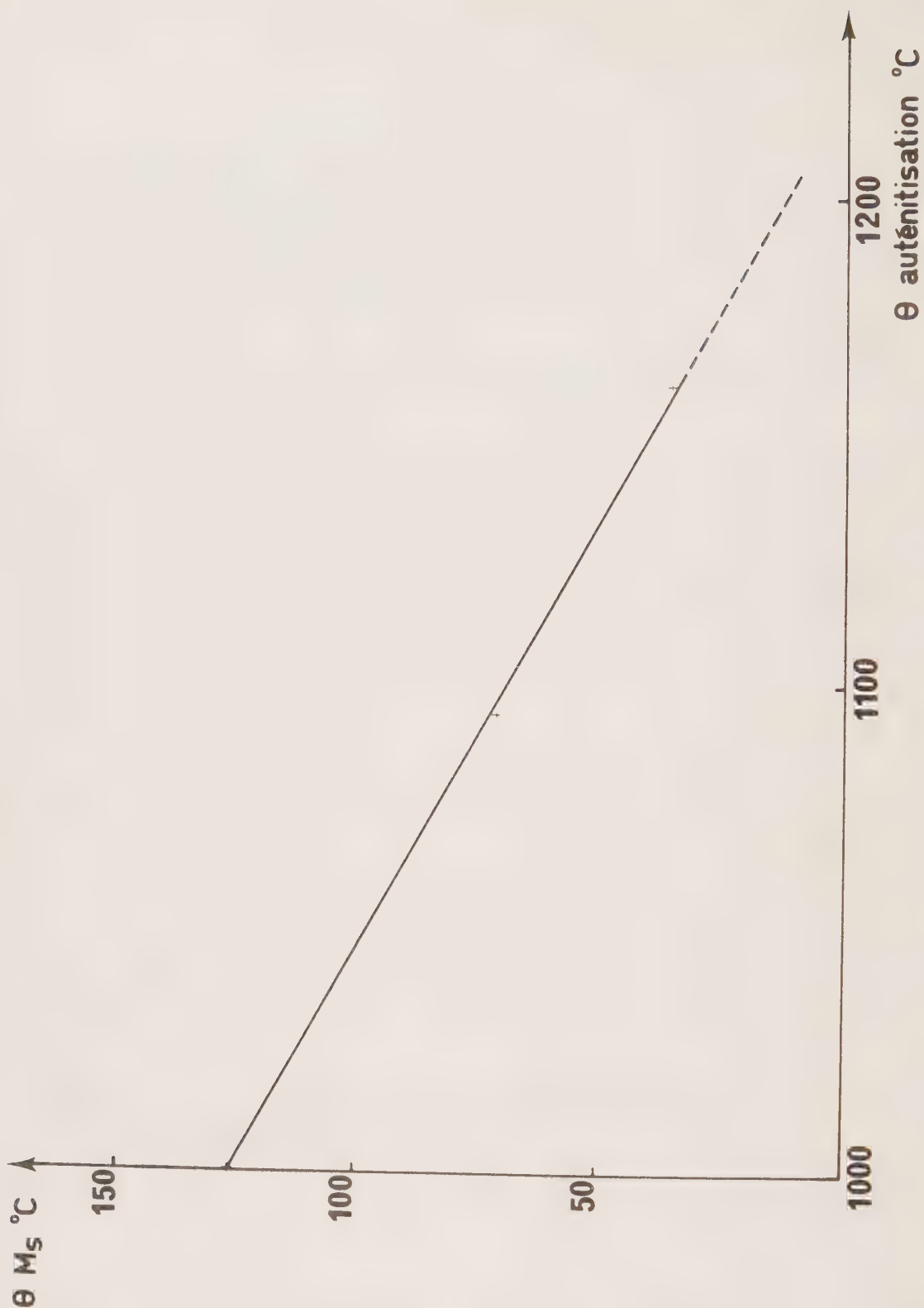


FIGURE 27

Variations de la température du point M_s , en fonction de la température d'austénitisation, d'un acier à outils.

un taux de transformation donné.

V.3.1 Cas d'un acier contenant 1,9 % de carbone et 13 % de chrome.

Les échantillons sont austénitisés à 1120°C. La figure 28 montre les variations de la température du point M_s en fonction du temps de maintien à

480°C	(courbe 1)
380°C	(courbe 2)
et 280°C	(courbe 3)

La courbe 1 est composée de deux parties. Pour des maintiens de faible durée, la température du point M_s s'élève rapidement de 50°C environ puis croît lentement.

Si la durée de maintien dépasse 7 heures, la température du point M_s s'élève de nouveau rapidement de manière sensiblement linéaire. Pour un taux de transformation bainitique de l'austénite de 60 %, la température du point M_s atteint 320°C.

Or, nous avons mesuré que la durée de l'incubation de la transformation de l'austénite à 480°C est de 7 heures.

Nous pensons que l'élévation de la température du point M_s entre 0 et 7 heures correspond à la destabilisation de l'austénite venant de la formation de carbures qui appauvrissent la matrice en carbone et en éléments d'alliage. Il en résulte bien une élévation de la température du point M_s .

La courbe 2 correspond à un traitement à 380°C. L'étude dilatométrique montre l'absence de transformation dans le domaine des temps explorés. La température M_s croît de 40°C environ avant de retomber à une valeur voisine de la valeur du départ. Ce phénomène est à rapprocher de celui que la courbe 1 a mis en évidence pour des maintiens de faible durée. Il s'y superpose, pour des maintiens plus longs, un phénomène de stabilisation de l'austénite.

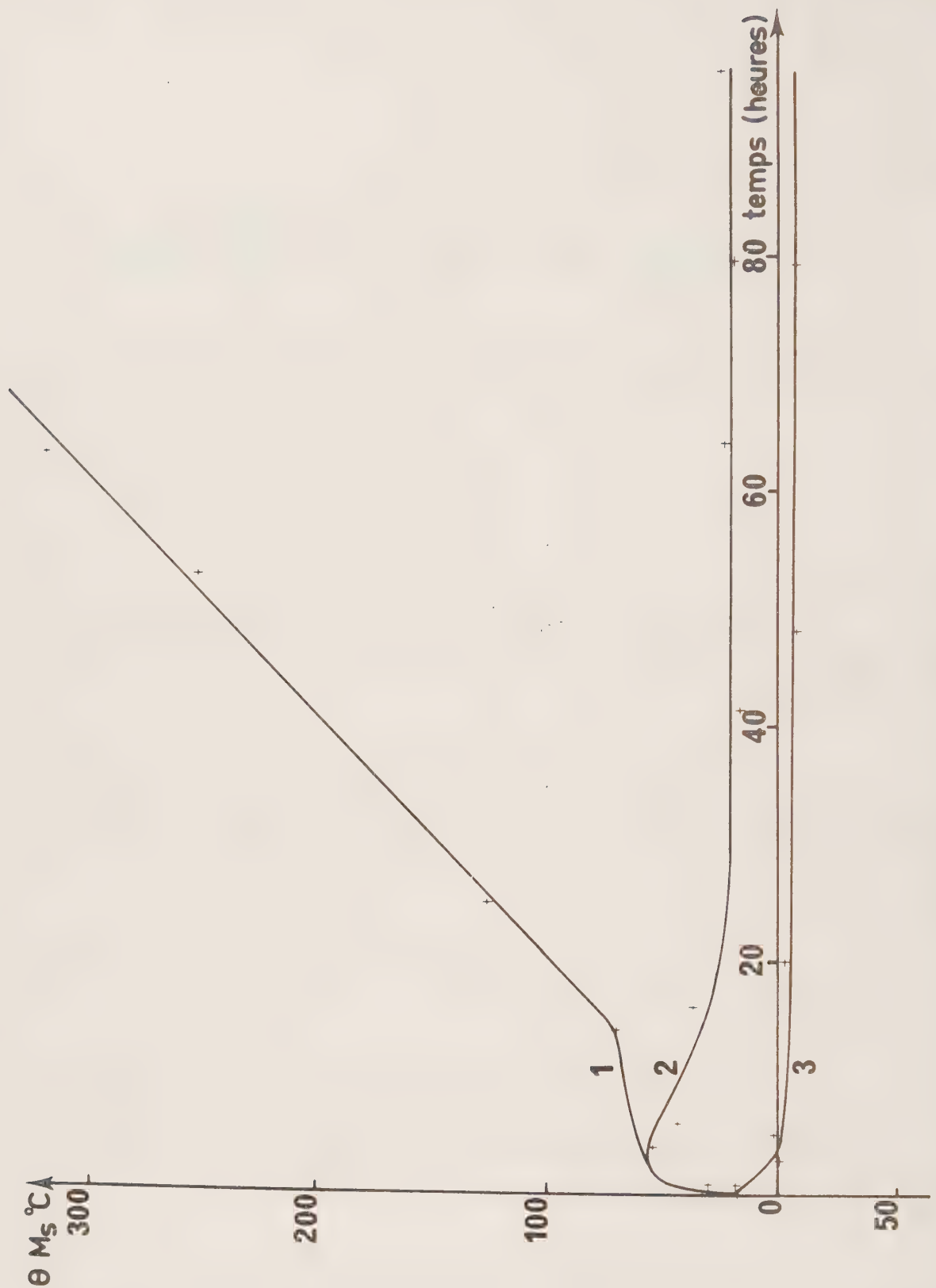


FIGURE 28

Variations de la température du point M_s en fonction du temps de maintien en température de l'austénite.

- 1 - Maintien à 480°C
- 2 - Maintien à 380°C
- 3 - Maintien à 280°C

La courbe 3 correspond à un traitement à 280°C. Le maintien à cette température provoque un abaissement rapide de M_s à une valeur constante. Dans ce cas il n'y a pas non plus de transformation pendant la durée de l'expérience.

Dans ce dernier cas, seul le phénomène de stabilisation de l'austénite subsiste (29).

V.3.2 Cas d'un acier contenant 1 % de carbone et 1,25 % de chrome

Pour une trempe à l'eau après un maintien à 950°C pendant 10 minutes, la température du point M_s de 177°C est abaissée à 155°C, si avant la trempe, 50 % de l'austénite a été transformée de façon isotherme à 370°C.

Dans ce cas, la température M_s s'abaisse lorsque l'austénite se transforme puisque la formation de bainite provoque un enrichissement de la matrice austénitique en éléments d'alliage. Cet acier se comporte comme un hypoeutectoïde.

V.4 - DETERMINATION DE LA TEMPERATURE DU POINT M_s DE DIFFERENTS ACIERS

V.4.1 Cas d'un acier contenant 1 % de carbone

La figure 29 représente deux courbes dilatométriques différentielles obtenues par refroidissement rapide, après austénitisation à 850°C pendant 15 minutes.

La courbe (a) correspond à une trempe à l'eau froide, la vitesse maximale de refroidissement atteignant 2900°C/s (figure 19). La transformation martensitique commence à 201°C.

La courbe (b) est obtenue par un refroidissement plus lent obtenu par trempe à l'huile. La vitesse maximale atteinte est de 900°C/s. On note sur

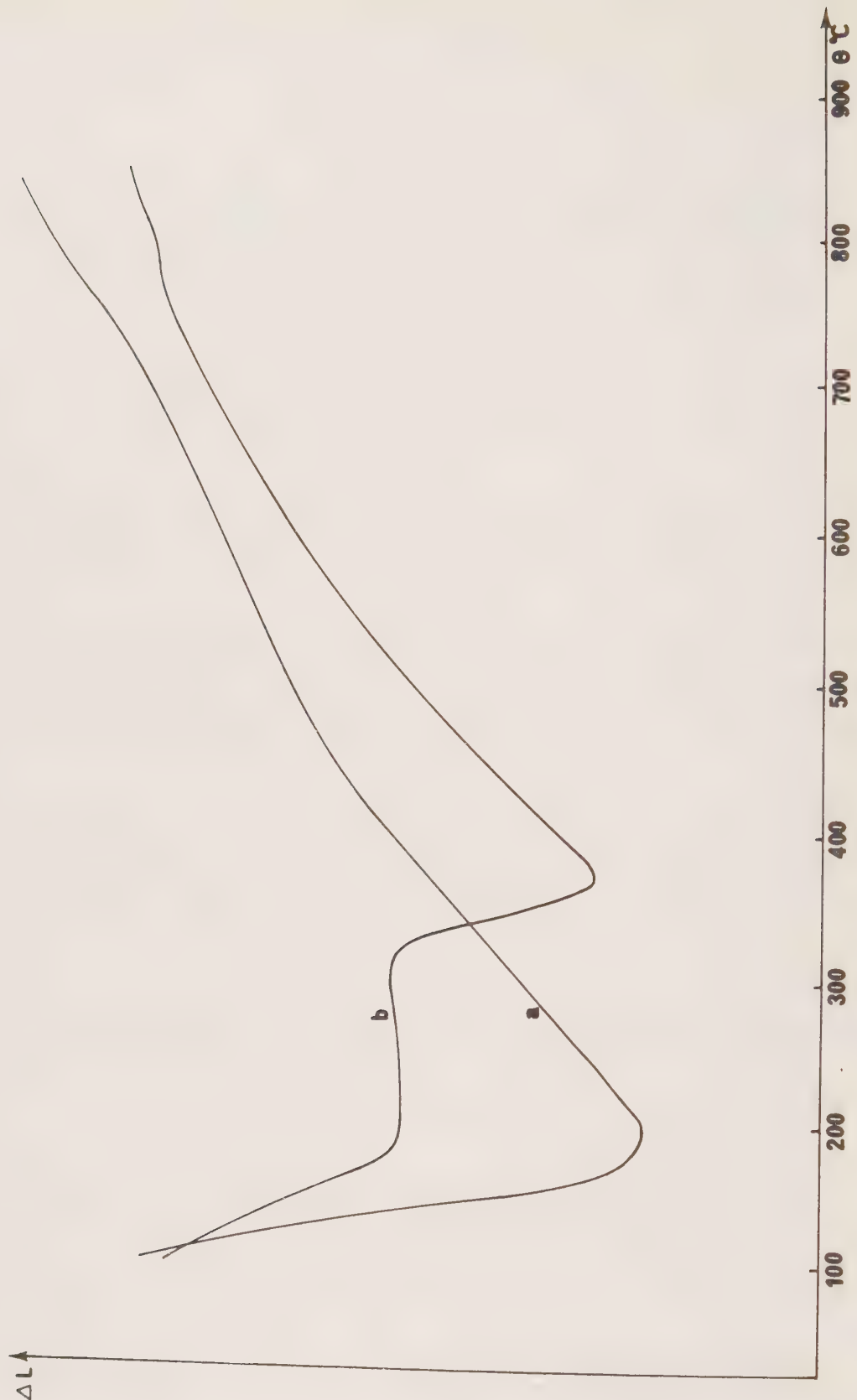


FIGURE 29

Dilatométries en refroidissement continu d'un acier contenant 1 % de carbone austénitisé à 850 $^{\circ}\text{C}$

- 1 - Vitesse de refroidissement 2900 $^{\circ}\text{C}/\text{seconde}$*
- 2 - Vitesse de refroidissement 900 $^{\circ}\text{C}/\text{seconde}$*

cette courbe deux anomalies. La première correspond à la transformation bainitique qui commence à 370°C qui indique que la courbe de refroidissement ne permet plus d'éviter le nez de la courbe TTT_C. La deuxième anomalie est due à la formation de la martensite. La température du point M_s est égale à 203°C.

V.4.2 Transformation martensitique de l'austénite résiduelle après un revenu à basse température

L'alliage étudié contient 1,75 % de carbone et 0,54 % de silicium. A. Simon (30) a montré que la trempe de cet alliage jusqu'à 20°C conduit à une structure martensitique avec environ 60 % d'austénite résiduelle.

La température M_s est alors de 60°C.

Après un refroidissement jusqu'à la température ambiante, nous avons fait subir à l'échantillon un revenu jusqu'à 200°C, suivi d'une nouvelle trempe. Nous mesurons alors la température du point M'_s de reprise de la transformation martensitique. Elle est égale à 35°C.

La transformation martensitique reprend donc à une température plus élevée que celle où a été interrompue la première trempe (20°C).

Ainsi, nous avons mis en évidence la déstabilisation de l'austénite résiduelle primaire provoquée par un traitement de revenu.

V.4.3 Détermination de la température M_s d'une austénite post-bainitique (31-32)

L'alliage étudié contient 1,15 % de carbone et 3,9 % de silicium. Afin d'observer l'influence de l'enrichissement en carbone de la matrice sur la stabilisation de l'austénite post-bainitique, nous avons mesuré la température du point M_s de cette dernière.

J.M. Schissler a montré que la transformation bainitique conduit à une austénite contenant 2 % de carbone qui présente une température M_s inférieure

à 110°C.

A l'aide de notre dilatomètre, nous avons déterminé que la température du point M_s de cette austénite est de - 130°C alors que par trempe directe, nous avons obtenu + 200°C.

Dans ce cas, l'enrichissement en carbone a conduit à la stabilisation de l'austénite.

Ces résultats apparemment opposés à ceux que nous avons obtenus pour l'acier contenant 1,9 % de carbone et 13 % de chrome (paragraphe V.3.1) sont dus au fait que le silicium empêche la formation de carbures au début du traitement. Ils mettent bien en évidence les actions opposées sur le processus de trempe bainitique du chrome et du silicium.

CHAPITRE VI

CINETIQUES DE TRANSFORMATION D'AUSTENITES ENRICHIES EN CARBONE ET EN AZOTE EN PHASE GAZEUSE PAR CARBONITRURATION.

Les traitements thermochimiques de pièces en acier sont utilisés pour conférer à leur surface un maximum de dureté et accroître leur résistance à l'usure, tout en laissant subsister à coeur une structure suffisamment peu fragile pour résister aux chocs mécaniques subis par la pièce pendant son travail.

Grâce à la meilleure trempabilité des zones plus riches en éléments d'addition, le coeur est amené à un état structural stable et homogène, alors que le bord, dont l'austénite se transforme à plus basse température, devient martensitique. Les éléments mis en solution d'insertion sont soit le carbone, soit l'azote, soit dans le cas qui nous intéresse, les deux à la fois.

Dès 1940, on observe (33) que les couches carbonitrurées des aciers non alliés présentent après trempe une structure martensitique plus dure que celle des couches cémentées. L'étude des mécanismes de traitement par carbonitruration et trempe (34) a permis d'obtenir des pièces moins déformées, plus dures en surface et de meilleure résistance à la fatigue. La durée du traitement thermique est moins longue, ce qui présente un grand intérêt économique.

En ce qui concerne la cinétique des transformations, seules des études en conditions isothermes ont été réalisées. Menées, soit par thermomagnétométrie (35-36-37), soit par métallographie (38), ces études montrent que l'action stabilisante de l'azote, plus importante dans le domaine perlitique que dans le domaine bainitique provoque une diminution de la vitesse de germination et également de la vitesse de croissance (39).

En outre, nous avons étudié la cinétique des transformations de l'austénite en refroidissement continu à l'aide du dilatomètre précédemment décrit, en nous appuyant également sur la méthode métallographique et sur les mesures de dureté.

VI.1 - ADAPTATION DES TECHNIQUES EXPERIMENTALES AU CAS DE L'ETUDE DES COUCHES CARBONITRUREES

VI.1.1 Prélèvement des échantillons

La carbonitruration étant un traitement de surface, il n'est pas possible de faire l'étude dilatométrique sur les couches carbonitrurées en prélevant l'échantillon sur la pièce elle-même.

Nous avons donc réalisé des échantillons minces qui ont été carbonitrurés de manière à obtenir une composition en carbone et en azote identique à celle des couches superficielles obtenues sur les pièces massives.

Les éprouvettes utilisées sont des cylindres de 20 mm de longueur, de 4 mm de diamètre percés dans leur longueur d'un trou de 3 mm. L'acier utilisé présente la composition suivante :

C %	: 0,28	Si %	: 0,23	Mn %	: 0,63	P %	: 0,016	Cu %	:
Cr %	: 1,00	Mo %	: 0,22	Ni %	: 0,09	Al %	: 0,028	Si %	:
Pb %	: 0,01								

VI.1.2 Carbonitruration des éprouvettes

Elles sont traitées en même temps qu'une charge de pièces industrielles dans des fours de série travaillant sous atmosphère contrôlée composée d'une part d'un gaz support endothermique, de point de rosée 0°C comprenant 20 % d'oxyde de carbone, 40 % d'hydrogène et 40 % d'azote et d'autre part, de gaz actifs. Un ajout de gaz naturel de Groningue riche en CH₄ sert d'agent de cémentation et 2 % du gaz support en ammoniac anhydre, sert d'agent de nitruration.

L'atmosphère contrôlée est maintenue à 0,30 % de gaz carbonique en régulant la quantité de gaz de Groningue.

Les fours comportent une zone de chauffage des pièces à 845°C, une zone de maintien à la température de traitement de 860°C et une zone de mise à la température de trempe, régulée à 830°C.

Le temps de traitement est de deux heures et demie . Les éprouvettes sont ensuite trempées dans un bac d'huile à 160°C.

Le dosage du carbone et de l'azote est effectué en prélevant des copeaux de métal soit sur l'extérieur du cylindre, soit dans l'alésage.

L'azote est dosée par la méthode de Kjeldahl. Après attaque du métal par l'acide sulfurique, le sulfate d'ammonium formé est décomposé en ammoniac qui est recueilli dans une solution d'acide sulfurique tiré . On dose ensuite par retour à l'aide d'une solution de soude.

Le carbone est dosé par coulométrie.

La figure 30 représente la teneur en carbone et en azote en fonction de la profondeur d'une pièce massive traitée industriellement.

Les courbes ne présentent pas d'anomalies, la teneur en éléments interstitiels décroît du bord vers le centre, plus rapidement pour l'azote que pour le carbone.

Les éprouvettes dilatométriques sont carbonitrurées à coeur. Le tableau 6 donne la composition pour des couches de 250 µm d'épaisseur situées à l'extérieur de l'échantillon et pour des couches de même épaisseur situées à l'intérieur.

Les analyses ont montré que les éprouvettes ont une teneur en carbone et en azote légèrement plus élevée dans le bord extérieur que dans la moitié intérieure de l'éprouvette.

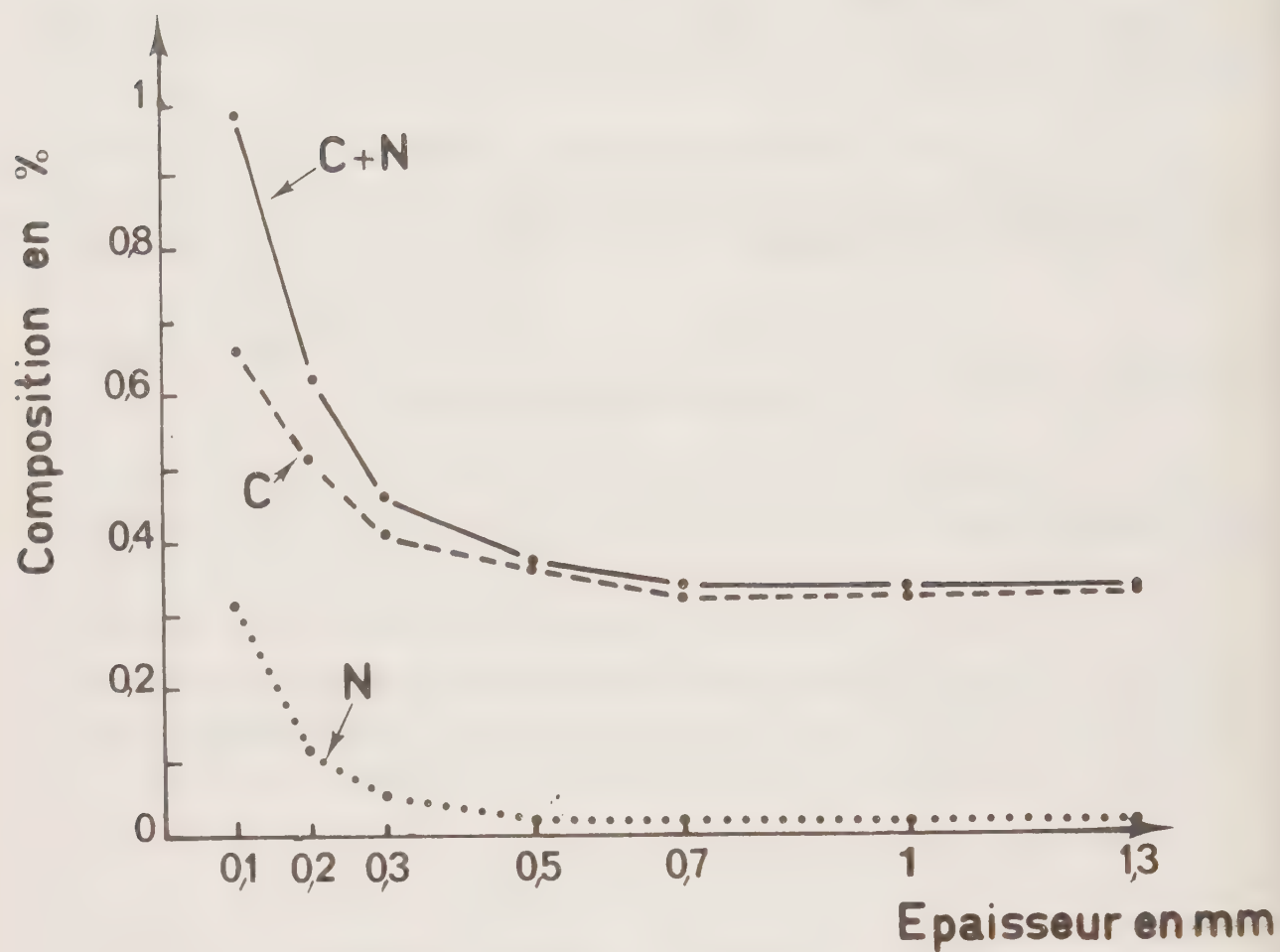


FIGURE 30

Répartition du carbone et de l'azote dans une couche carbonitrurée.

TABLEAU 6

Teneur en carbone et en azote pour 3 éprouvettes ayant subi le même traitement de carbonitruration.

Bord extérieur		Bord intérieur	
C %	N %	C %	N %
0,63	0,28	0,56	0,19
0,60	0,31	0,88	0,225
0,58	0,156	0,56	0,23
Composition moyenne			
0,60	0,25	0,56	0,21

On observe également que les résultats concernant la teneur en azote sont plus dispersés que pour le carbone.

VI.1.3 Protection des éprouvettes contre la dénitruration

Dans le cas des traitements industriels, les pièces sont trempées à l'issue de la carbonitruration. La mise en température de trempe s'effectue dans le four sous atmosphère carbonitrurante évitant toute perte d'azote.

Dans le cas de notre étude, l'austénitisation des éprouvettes est différée dans le temps puisqu'elle s'effectue dans l'enceinte dilatométrique.

Afin de ne pas détériorer les capteurs, nous n'avons pas introduit de mélange nitrurant dans l'enceinte.

Nous avons tenté de protéger les échantillons à l'aide d'un dépôt superficiel d'un métal dans lequel l'azote diffuse très mal. Un film d'or

de 5 à 10 μm a été déposé par voie électrolytique sur une sous-couche d'accrochage constituée par un dépôt préalable de nickel. A l'issue du traitement thermique, nous avons étudié la surface des éprouvettes à la microsonde de Castaing. Les mesures effectuées ont permis de conclure à la disparition pratiquement complète de l'or. Celui-ci n'a donc pas assuré son rôle de protection.

Nous nous sommes donc contenté de chauffer les échantillons sous atmosphère neutre d'argon en fixant de façon rigoureuse la température et la durée d'austénitisation, afin de maintenir aussi constante que possible la perte en azote. Les refroidissements sont effectués sous argon ou sous vide.

Par mesure de précaution, chaque échantillon n'est utilisé qu'une seule fois.

Les dosages de l'azote, effectués après austénitisation, sur des éprouvettes carbonitrurées, n'ont pas permis de chiffrer la perte en cet élément.

B. Prenosyl (38) (43) a montré que la diminution de la teneur en azote après austénitisation à 900°C dans l'air pendant 10 minutes, est de 0,04 % pour une teneur initiale de 0,30 %. Après 30 minutes, elle est de 0,11 % environ.

VI.2 - TRACE DES COURBES TTT_c

VI.2.1 Etude préliminaire de la trempabilité de la couche carbonitrurée (40)

Nous avons observé par micrographie et mesuré la dureté à différentes profondeurs de la couche carbonitrurée d'un échantillon massif et d'une éprouvette de dilatométrie ayant l'un comme l'autre subi, après austénitisation à 900°C, un refroidissement à la vitesse de 10°C/s.

Sur la figure 31, nous avons tracé la courbe de microdureté de la pièce massive (a) et celle de l'éprouvette (b).

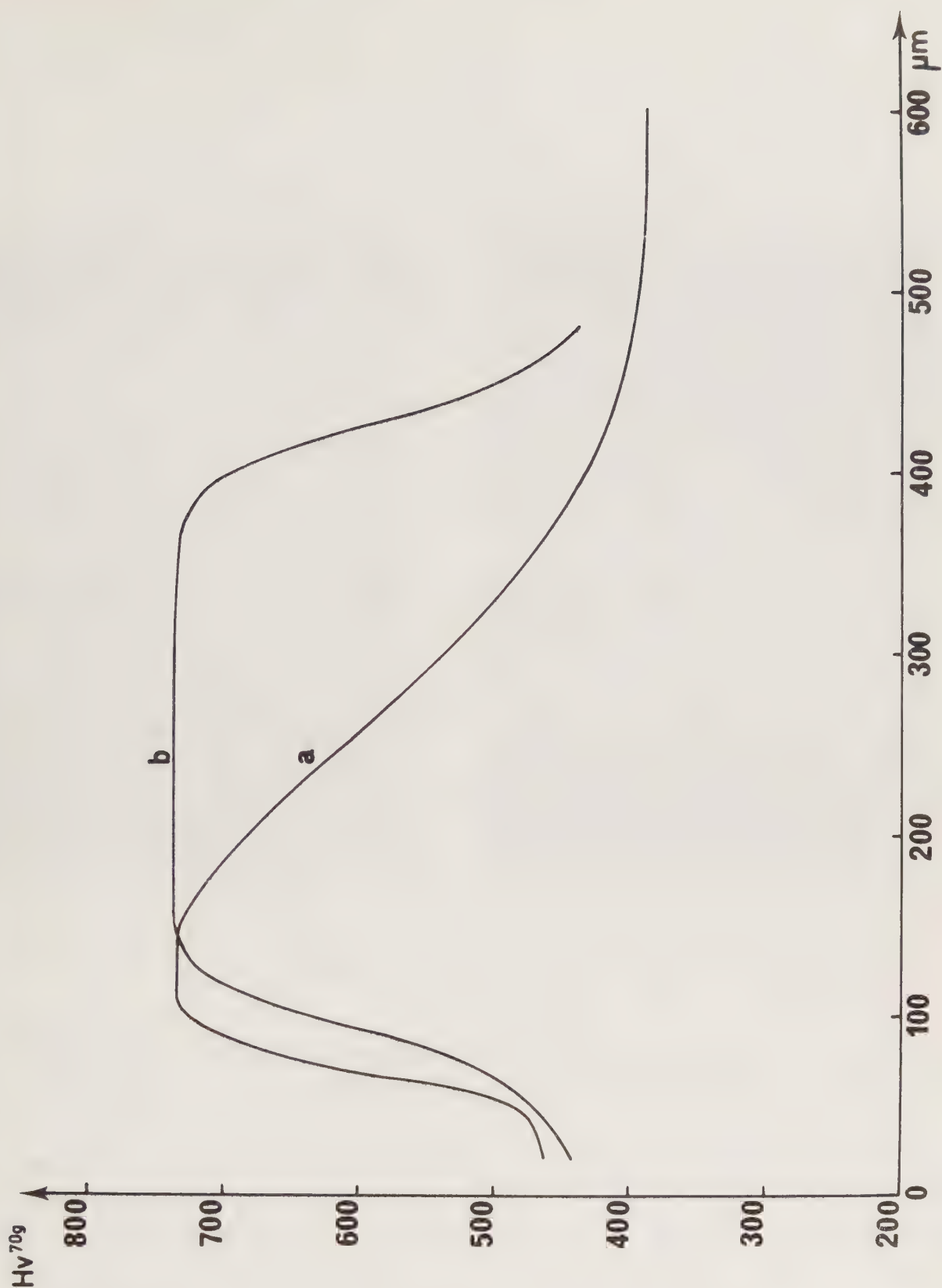


FIGURE 31

Courbes de variations de la dureté en fonction de la profondeur

a - Pièce massive

b - Eprouvette dilatométrique

La figure 32 montre la structure obtenue dans les deux cas. Nous observons pour chaque échantillon que la dureté diminue quand on s'approche du bord, ce qui correspond à la structure bainitique que l'on observe sur les micrographies. Le maximum de dureté est atteint pour les zones de structure martensitiques situées à 150 μm de profondeur.

Pour les zones plus profondes, le comportement est différent selon que l'on a affaire à une éprouvette de dilatation ou à une pièce massive. Dans ce dernier cas, la dureté diminue progressivement car la teneur en éléments en solution d'insertion diminue.

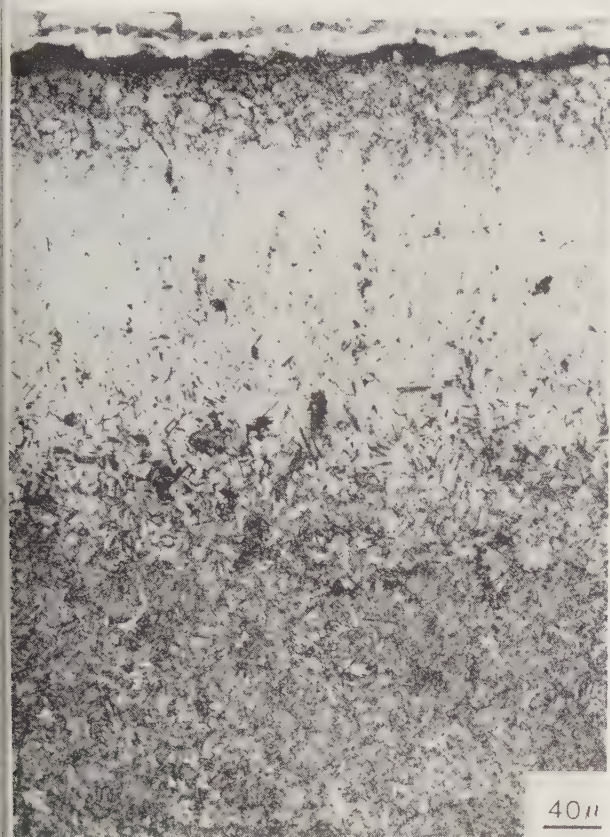
L'éprouvette dilatométrique présente un coeur totalement carbonitruré sans diminution sensible de la dureté.

Les 250 μm de la zone intérieure de l'éprouvette ont un comportement sensiblement symétrique à celui des 250 μm extérieurs, puisque les conditions de carbonitruration devraient donner un gradient de concentration en carbone et en azote, symétrique de chaque côté de la zone centrale. En fait, on remarque sur la micrographie b que la zone bainitique est moins importante du côté interne que du côté externe. Ceci est en accord avec les dosages de carbone et d'azote effectués sur les deux moitiés de l'éprouvette et dont les résultats figurent précédemment au tableau 6.

La carbonitruration est donc un peu plus lente à l'intérieur de l'alésage que sur la partie externe de l'éprouvette.

Cette étude préliminaire montre donc que les propriétés des éprouvettes dilatométriques sont bien représentatives, sur le plan des structures, des propriétés de la couche carbonitrurée d'une pièce massive en acier.

Le fait important que nous avons bien mis en évidence est le comportement anormal des couches carbonitrurées. En effet, leur trempabilité ne varie pas comme la teneur en carbone et en azote, les zones les plus riches en éléments d'addition se transforment en premier.



a



b

FIGURE 32

Structures, après trempe, de couches carbonitrurées

a) Pièce massive

b) Eprouvette dilatométrique

Ceci nous a conduit à étudier la cinétique de transformation de l'austénite au cours de son refroidissement continu en faisant la discrimination entre les zones superficielles et les zones centrales de l'éprouvette. Pour un même lot d'éprouvettes, nous avons donc tracé deux courbes TTT_c qui décrivent d'une part la transformation de la zone la moins trempante de la surface et d'autre part, celle de la zone la plus trempante située au centre de l'éprouvette. En fait, entre ces deux extrêmes, existent des zones dont les courbes TTT_c occupent toutes les positions intermédiaires, puisque les teneurs en carbone et en azote décroissent régulièrement du bord vers le centre.

VI.2.2 Principe du tracé de la courbe TTT_c (41)

Nous avons tracé les deux courbes TTT_c d'une couche carbonitrurée dont la composition en carbone et en azote a été donnée au tableau 6. L'austénitisation est effectuée à 900°C pendant 15 minutes sous atmosphère d'argon.

Les différents points de la courbe TTT_c sont obtenus à l'aide de trois techniques différentes :

- la dilatométrie
- l'observation micrographique
- la mesure de la microdureté

L'enregistrement simultané de la courbe des variations de longueur de l'éprouvette en fonction de la température et de la courbe de refroidissement ne permet que le tracé de la seule enveloppe des domaines de transformation de l'acier.

On reporte à cette fin sur les courbes de refroidissement, les points de transformations relevés sur les courbes de dilatation.

Cependant, la dilatométrie ne permet pas à elle seule de préciser si la transformation mise en évidence sur la courbe expérimentale appartient à la courbe TTT_c du bord ou à celle du centre. Elle ne permet pas non plus de déterminer par exemple la position des courbes de début de transformation bainitique du centre et de fin de transformation bainitique du bord lorsque les

domaines bainitiques de ces deux zones se recouvrent partiellement. C'est pourquoi nous avons eu recours à la microdureté et à la micrographie.

Ces techniques sont appliquées à l'échantillon sur lequel nous avons effectué l'essai dilatométrique. Afin d'étudier une section du cylindre non enrichie en éléments en solution d'insertion par diffusion du carbone et de l'azote provenant des faces planes du cylindre, nous éliminons par abrasion sous eau deux millimètres du métal. La nouvelle face plane est polie, attaquée au nital et observée micrographiquement. Nous y mesurons également la microdureté Vickers (charge de 70 g) le long du diamètre.

Sur la figure 33, nous avons représenté les courbes de variations de la dureté en fonction de la profondeur, obtenues pour différents modes de refroidissement. Ces courbes sont numérotées dans l'ordre des vitesses décroissantes. Elles mettent bien en évidence le fait que les bords de l'éprouvette subissent sur 100 μm une transformation perlitique ou bainitique bien avant le centre.

L'échantillon correspondant à la courbe (1) présente au bord une faible diminution de la dureté. Au centre, la transformation par germination et croissance n'a pas encore commencé.

La transformation bainitique au bord de l'échantillon correspondant à la courbe (2) est plus avancée que précédemment, alors que le centre reste martensitique. Ce n'est qu'avec le refroidissement plus lent correspondant à la courbe de microdureté (3) que l'on observe une baisse de la dureté au centre, donc un début de transformation bainitique. Le bord, quant à lui, devient perlitique. Ceci est encore plus accentué pour les échantillons correspondant aux courbes (4) et (5).

Pour les refroidissements 6, 7, 8, le taux de transformation perlitique s'accroît au centre, le bord est alors entièrement perlitique.

Le refroidissement 10 est très lent, l'éprouvette est entièrement perlitique. Ces observations nous permettent de tracer par exemple la courbe de

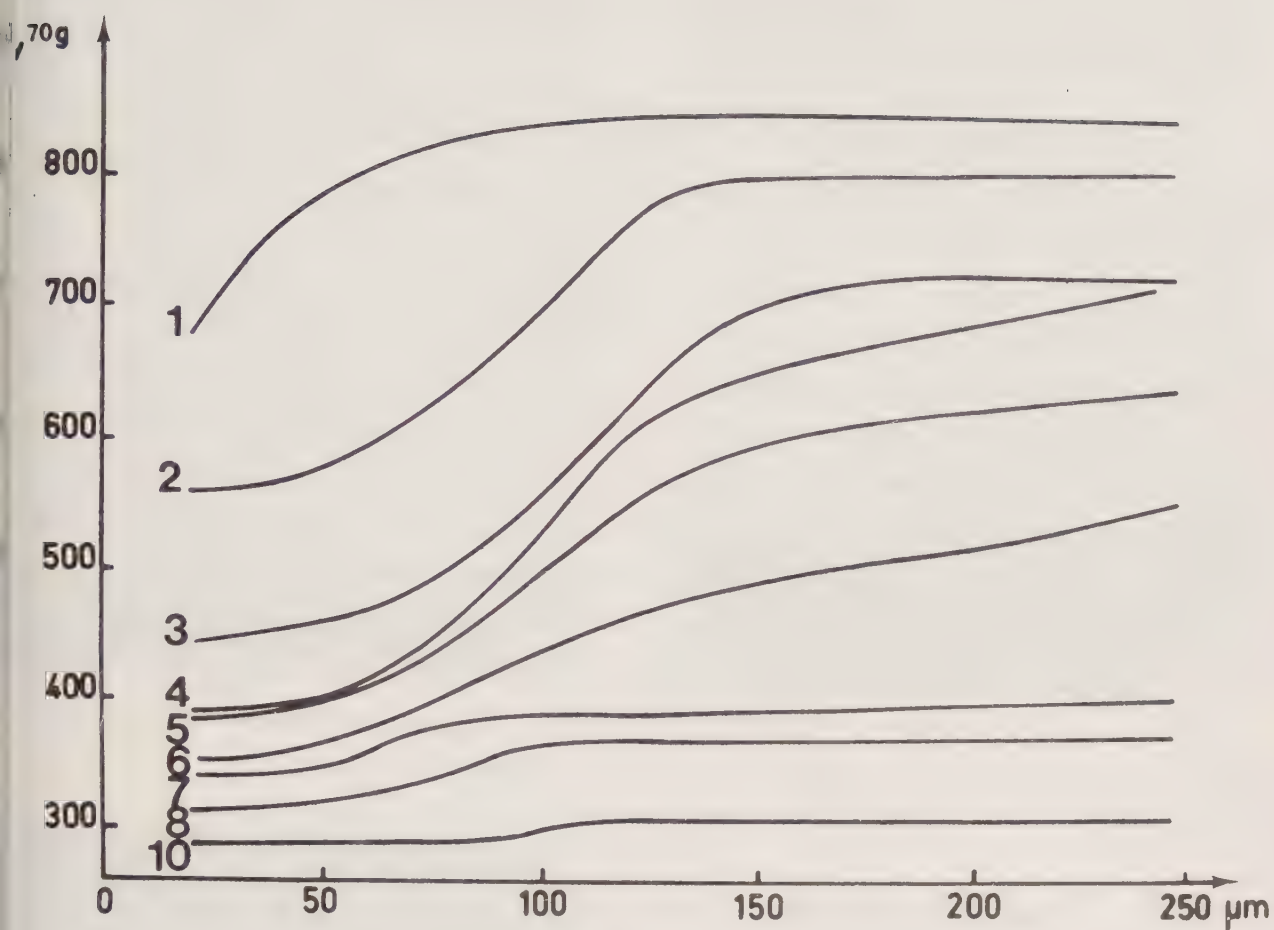


FIGURE 33

Courbes de variations de la dureté en fonction de la profondeur pour différents refroidissements, d'une couche carbonitrurée contenant 0,60 % de carbone et 0,25 % d'azote.

Austénitisation : 900°C pendant 15 minutes

début de transformation bainitique du centre entre les courbes de refroidissement 2 et 3.

Les micrographies de la figure 34 confirment ces résultats et permettent d'observer l'échantillon sur toute son épaisseur.

Les zones voisines de la surface qui ont subi une transformation de type bainitique, ont été attaquées rapidement et se distinguent de la zone centrale, moins sensible à l'attaque, parce que la structure y est martensitique (micrographie a). La micrographie b correspond à une éprouvette refroidie plus lentement (loi n° 3 de la courbe TTT_c). Le centre présente un début de transformation bainitique. Sur la micrographie c qui correspond au refroidissement n° 4, la progression de la transformation bainitique est très nette, au bord comme au centre.

Les courbes TTT_c ainsi construites sont représentées sur la figure 35. La courbe a correspond au bord de l'échantillon, la courbe b au centre. Ces deux zones sont schématisées sur l'encart en haut et à droite de la figure.

Les différents domaines de transformation sont délimités par des traits pleins lorsqu'ils sont tracés de façon précise à partir soit des courbes dilatométriques, soit des observations micrographiques et des variations de la microdureté, lorsque les domaines des courbes TTT_c a et b se superposent.

Les tracés en pointillés sont utilisés lorsque les domaines ne peuvent pas être déterminés de façon précise.

En bas de chaque courbe de refroidissement, nous avons fait figurer la dureté prise à 50 μm et à 250 μm du bord.

Le décalage entre les courbes a et b révèle les différences considérables qui existent entre les cinétiques de transformation des zones périphériques de la couche carbonitrurée et celle des zones plus profondes.

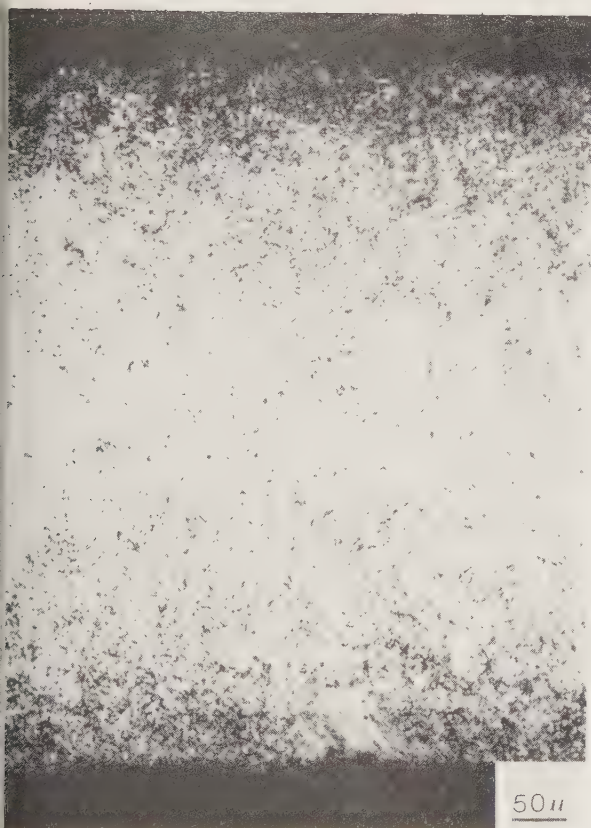
On observe, en effet, que le nez de la transformation bainitique



a



b



c

FIGURE 34

Structures, après refroidissement, de coulé carbonitrurées contenant 0,60 % de carbone 0,25 % d'azote.

a) Loi de refroidissement n° 2

b) Loi de refroidissement n° 3

c) Loi de refroidissement n° 4

Austénitisation : 900°C pendant 15 minutes

0,56 < Carbone % < 0,60
0,21 < Azote % < 0,25

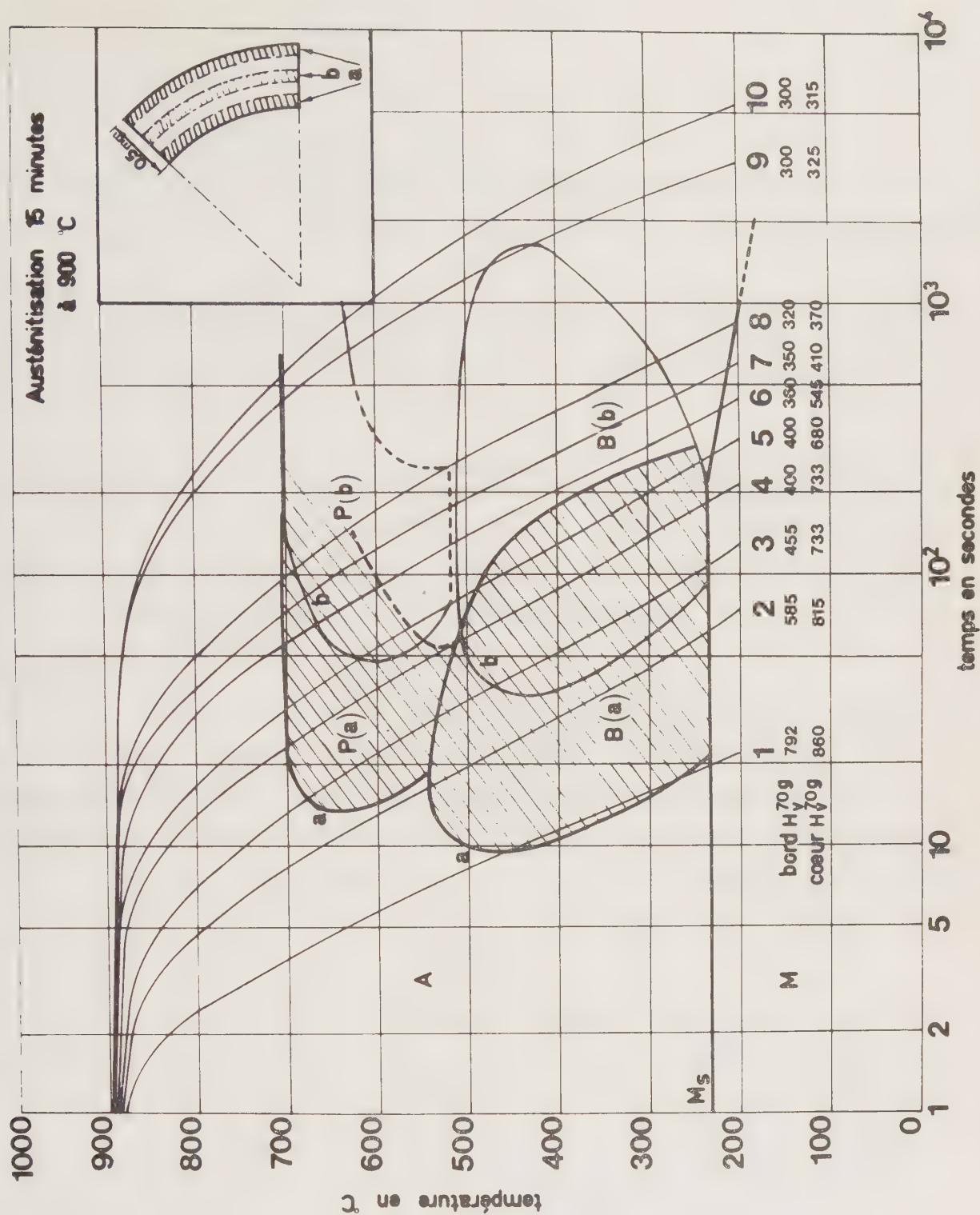


FIGURE 35

Courbes TTT_C d'une couche carbonitrurée contenant 0,60 % de carbone et 0,25 % d'azote.

Austénitisation : 900°C pendant 15 minutes.

se trouve à 9 secondes pour la surface contre 38 secondes pour les zones profondes.

Ceci confirme pleinement le fait que l'influence de la teneur en carbone et en azote sur la cinétique de transformation de l'austénite est masquée par un autre phénomène.

VI.3 - FACTEURS INFLUENÇANT LA TRANSFORMATION DE L'AUSTENITE EN REFROIDISSEMENT CONTINU

VI.3.1 Influence de la teneur en carbone et en azote

Des éprouvettes de teneur en carbone et en azote différentes ont été traitées dans les conditions industrielles.

Le tableau 7 donne les teneurs en carbone et en azote de différentes nuances étudiées. La nuance n° 5 a été obtenue en passant deux fois de suite les éprouvettes dans le four de carbonituration.

TABLEAU 7

Teneurs en carbone et en azote pour différentes nuances étudiées.

Alliage	Teneur en carbone	Teneur en azote
1 Acier de base	C 0,30 %	N 0 %
2	$0,46 < C \% < 0,48$	$0,06 < N \% < 0,13$
3	$0,56 < C \% < 0,60$	$0,21 < N \% < 0,25$
4	$0,68 < C \% < 0,69$	$0,23 < N \% < 0,25$
5	C 0,89 %	$0,136 < N \% < 0,35$

Tous les échantillons sont austénitisés à 900°C pendant 15 minutes.

La courbe TTT_c de la figure 36 concerne l'acier qui sert de base à la carbonitruration. Nous vérifions qu'il n'existe qu'une seule courbe TTT_c . Il n'y a pas de différence de transformation entre le bord et le centre de l'échantillon.

Aux alliages 2, 3, 4, 5 correspondent respectivement les courbes TTT_c représentées sur les figures 37, 35, 39, 41 et les courbes des microduretés données sur les figures 38, 33, 40, 42.

La courbe TTT_c de l'alliage n° 2, figure 37, le plus faiblement carbonitruré, est dédoublée. La trempabilité au bord est inférieure à celle du centre de l'échantillon. Notons que l'écart entre les deux courbes est moindre que celui qui correspond à l'alliage de composition 3 dont le diagramme TTT_c est donné précédemment (tableau 6).

Le diagramme TTT_c de l'alliage 4, riche en carbone et en azote, présente un écart important entre les deux courbes a et b, dû surtout au déplacement vers les plus grandes valeurs du temps de la courbe TTT_c du coeur de l'éprouvette.

Pour l'alliage n° 5, l'écart est sensiblement le même, mais l'ensemble des deux courbes est décalé vers la droite.

Sur le tableau 8, nous avons fait figurer la position dans le temps du nez des transformations bainitiques du bord et du centre de l'éprouvette.

Ces résultats mettent bien en évidence le fait que l'augmentation de la teneur en carbone et en azote de l'alliage ne permet pas d'atténuer la différence de trempabilité qui existe entre les zones superficielles et les zones profondes de l'alliage.

Le début de transformation bainitique passe pour les différents alliages de 16 à 9 secondes, puis à 16 et 25 secondes. En revanche, la trempabilité des zones profondes augmente rapidement puisque le nez bainitique passe de 36 à 130 secondes.

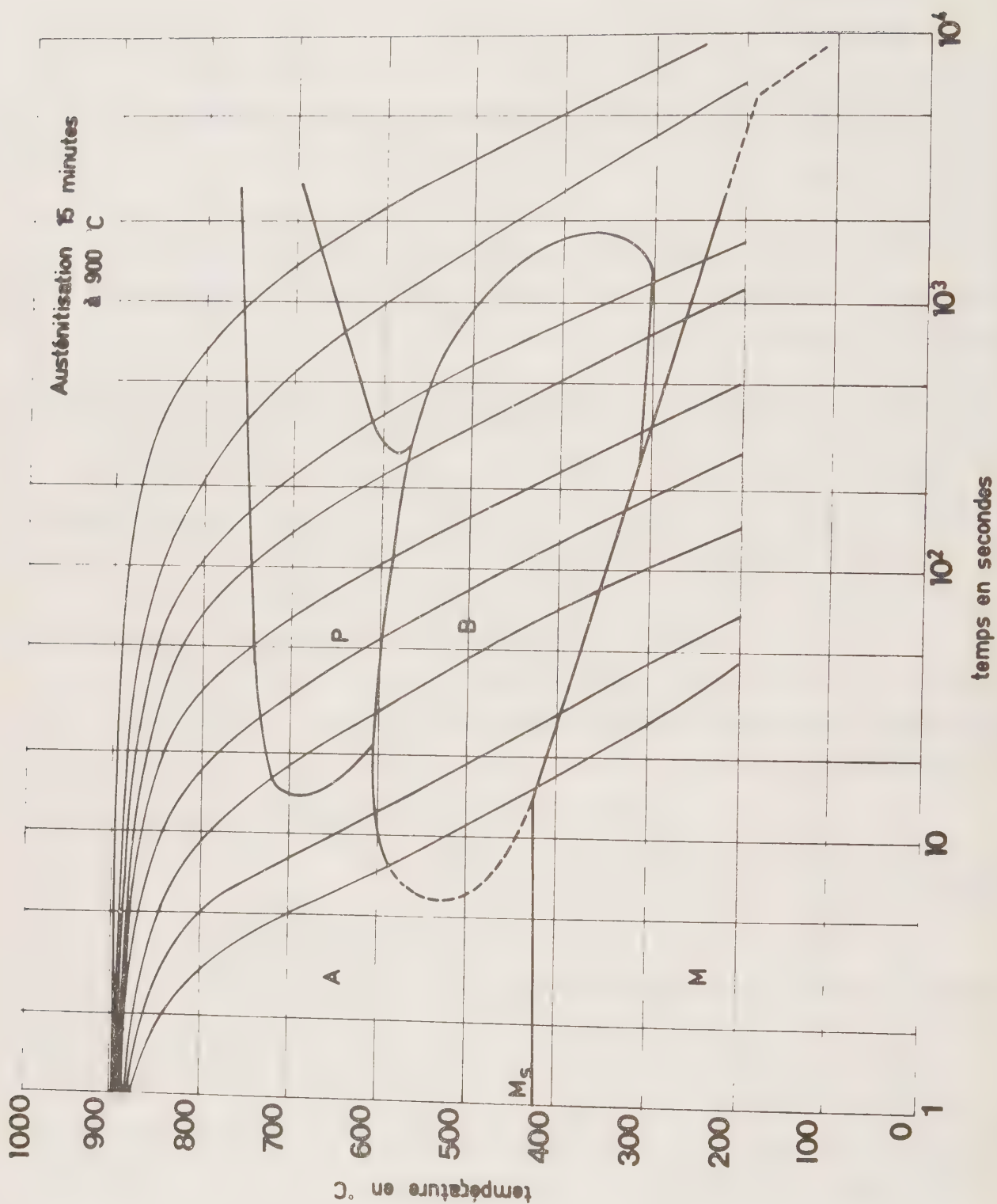


FIGURE 36

Courbes TTT_C de l'alliage n° 1

Austénitisation : 900°C pendant 15 minutes.

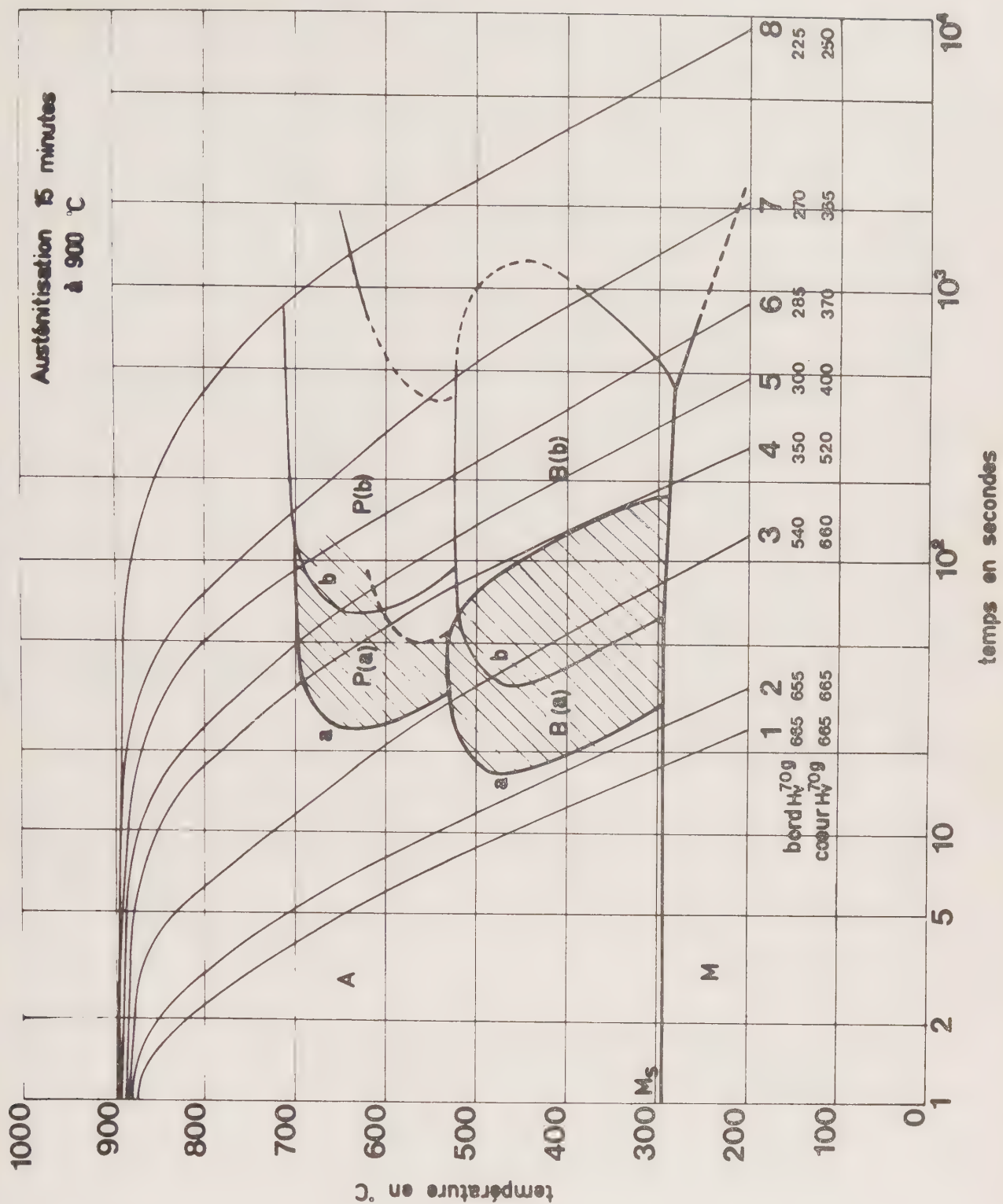


FIGURE 37

Courbes TTT_C de l'alliage n° 2

Austénitisation : 900°C pendant 15 minutes.

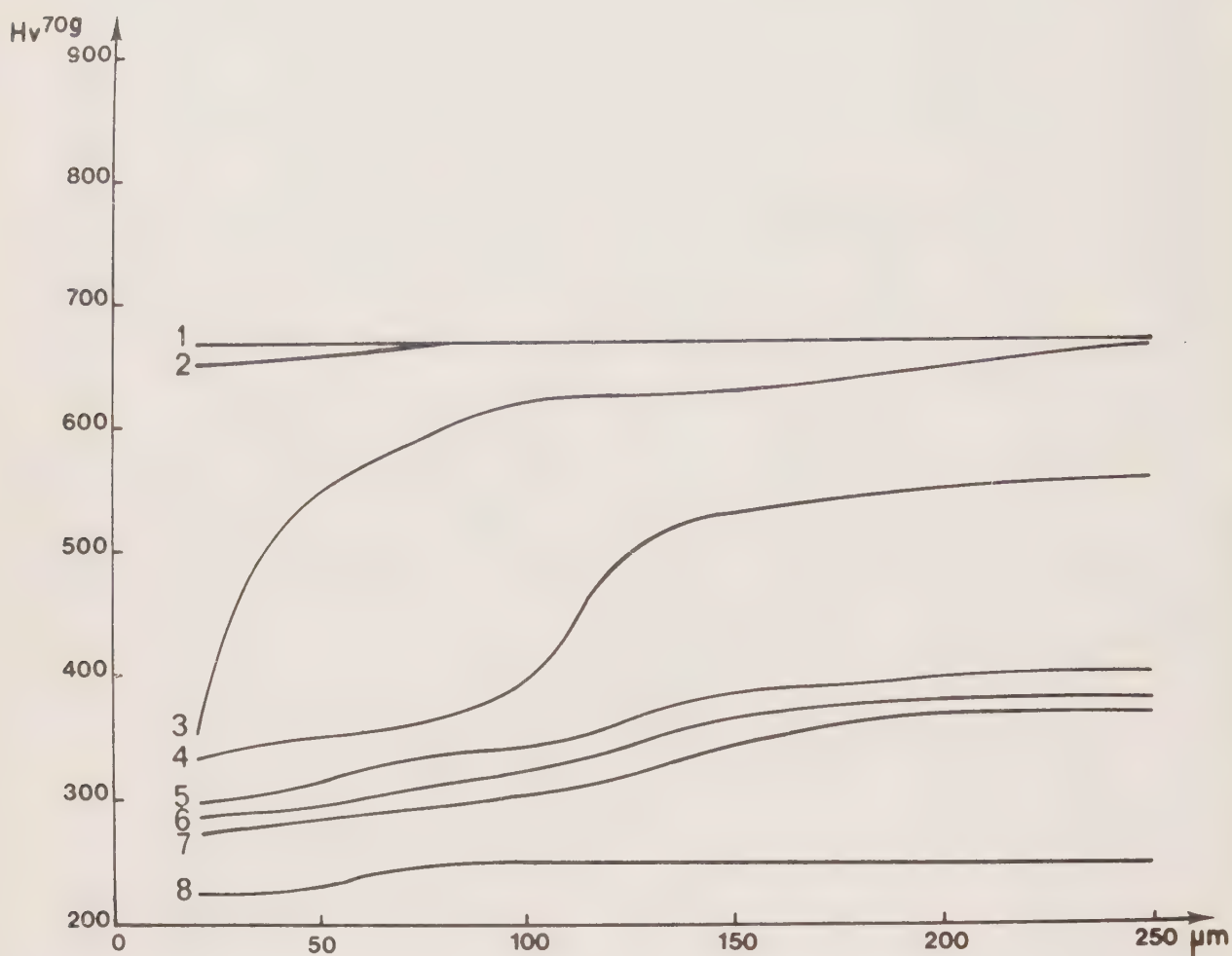


FIGURE 38

Courbes de variations de la dureté en fonction de la profondeur, pour différents refroidissements, de l'alliage n° 2

Austénitisation : 900°C pendant 15 minutes.

0,58 < Carbone % < 0,59
0,23 < Azote % < 0,25

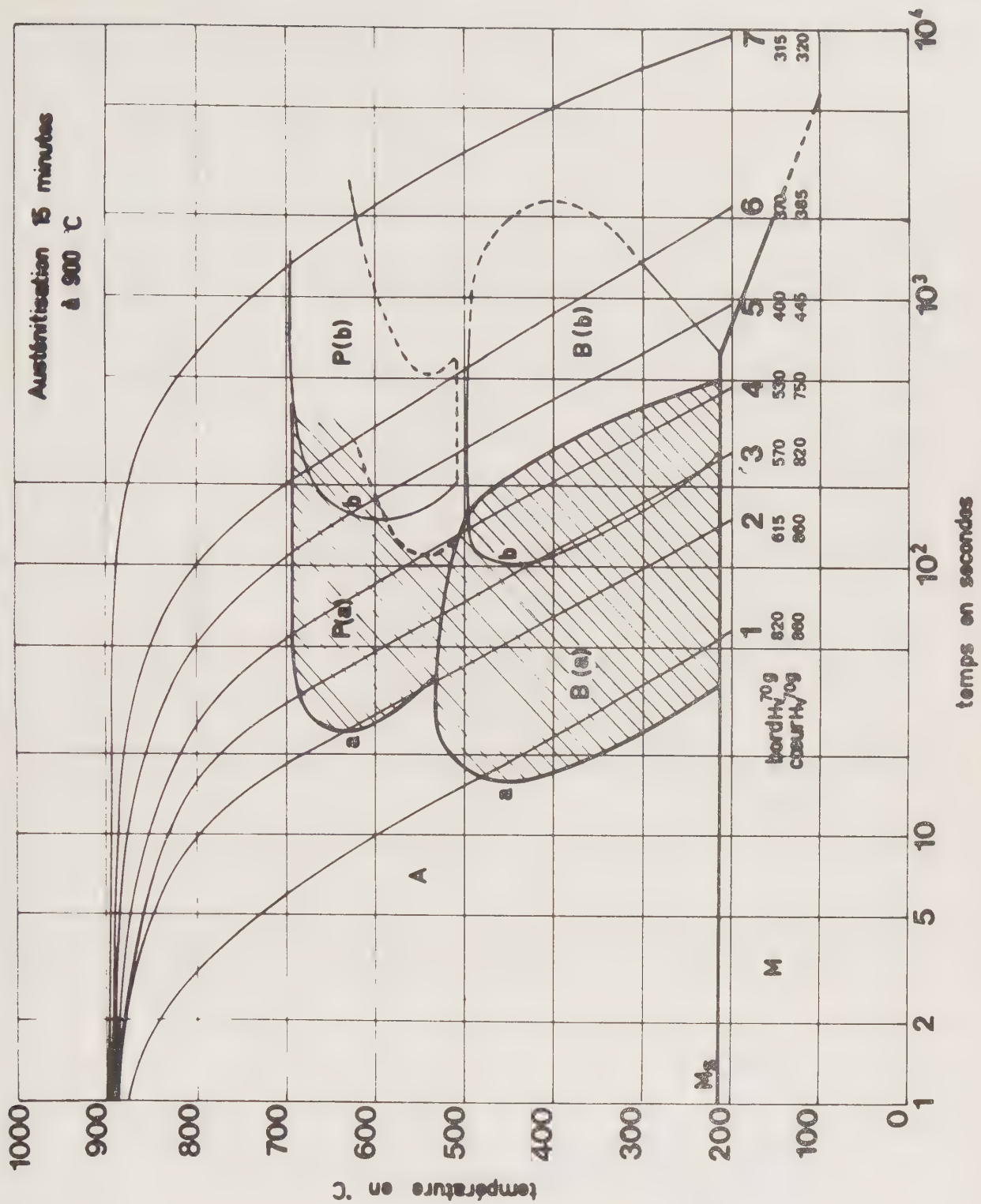


FIGURE 39

Courbes TTT_C de l'alliage n° 4

Austénitisation : 900°C pendant 15 minutes

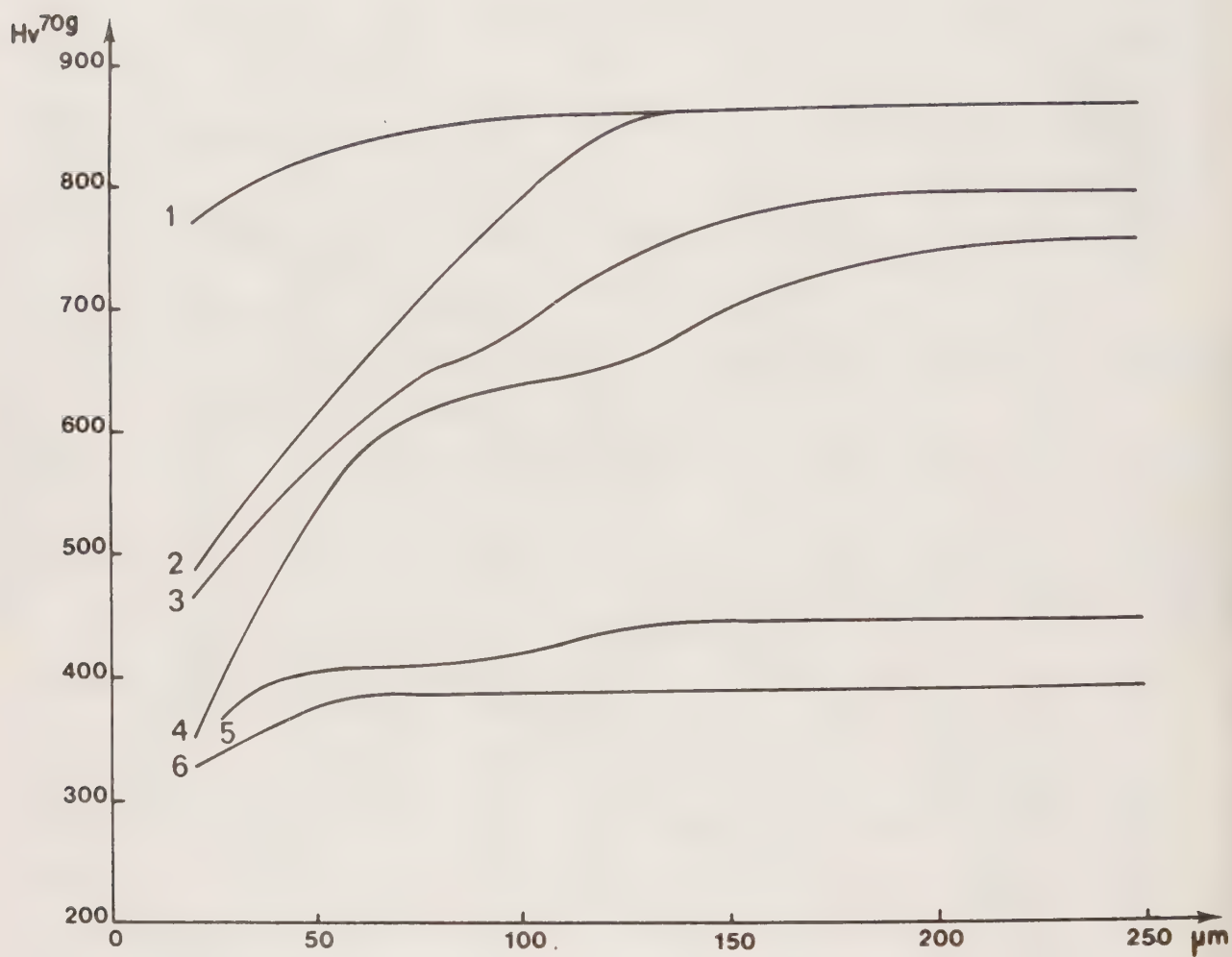


FIGURE 40

Courbes de variations de la dureté en fonction de la profondeur, pour différents refroidissements, de l'alliage n° 4

Austénitisation : 900°C pendant 15 minutes.

Carbone $\chi = 0,89$
 0,14 < Azote $\chi < 0,35$

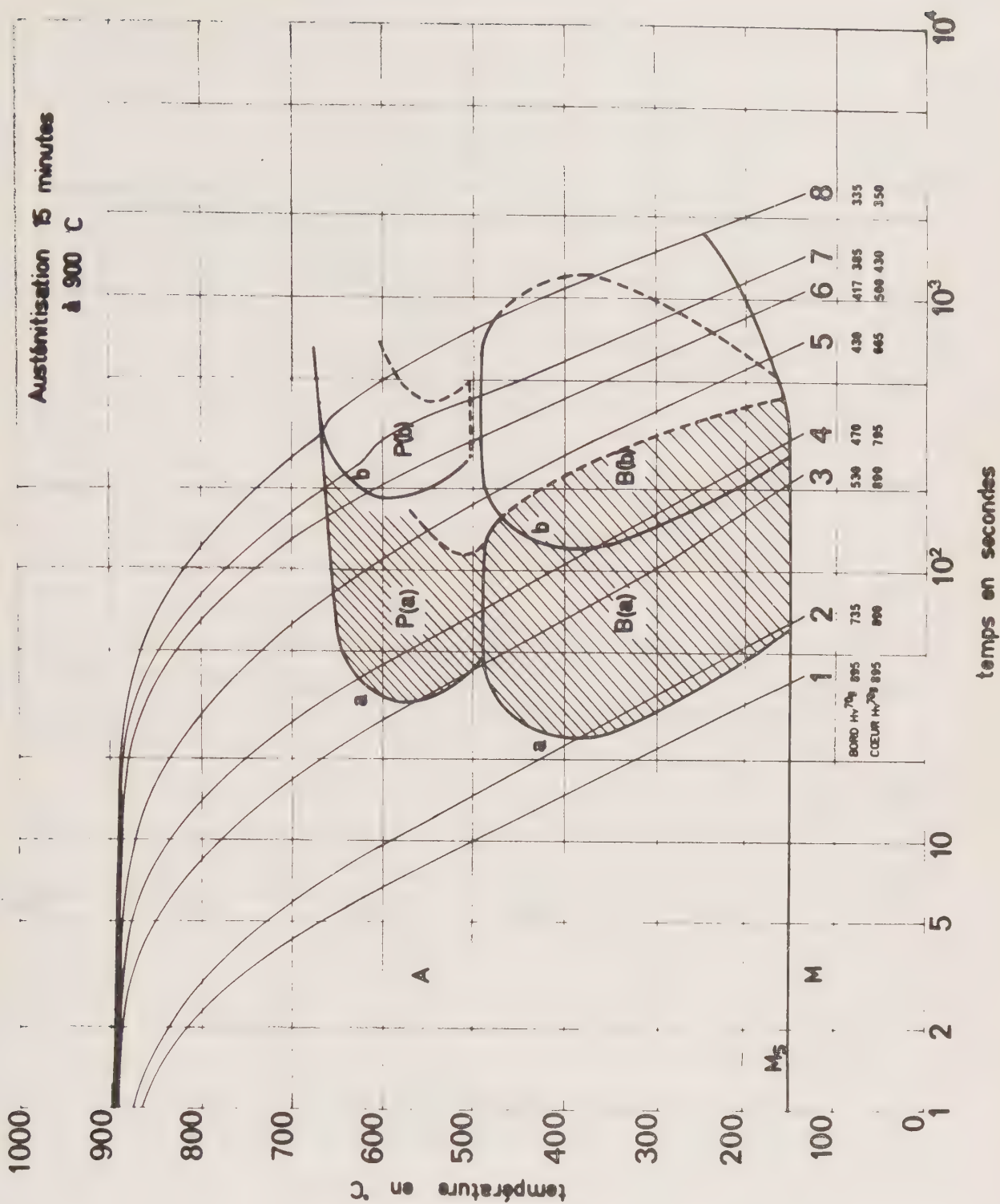


FIGURE 41

Courbes TTT_C de l'alliage n° 5
 Austénitisation : 900°C pendant 15 minutes.

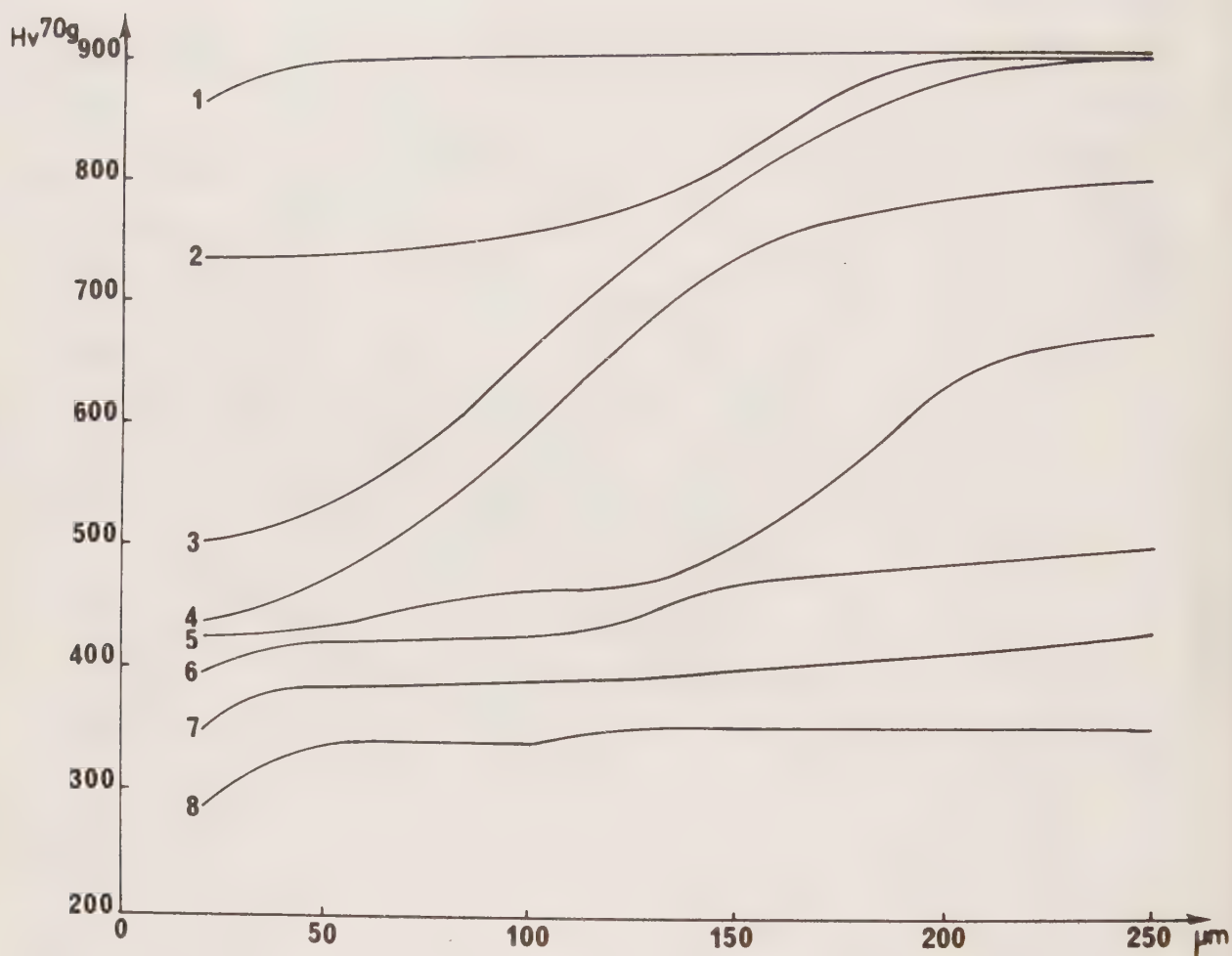


FIGURE 42

Courbes de variations de la dureté en fonction de la profondeur, pour différents refroidissements, de l'alliage n° 5

Austénitisation : 900°C pendant 15 minutes.

TABLEAU 8

Alliage	Position du nez baini- tique du bord	Position du nez baini- tique du coeur
2	16 secondes	36 secondes
3	9 secondes	38 secondes
4	16 secondes	110 secondes
5	25 secondes	130 secondes

En ce qui concerne la position du nez bainitique des zones superficielles, on remarque pour l'alliage 3, une diminution de la trempabilité bien qu'il soit plus riche en éléments interstitiels que l'alliage n° 2.

Si on compare la teneur en carbone et en azote des nuances 2 et 3, on note surtout un accroissement de la teneur en azote qui favorise la formation de carbonitrides stables et par conséquent, diminue la trempabilité.

On peut donc conclure que, dans le domaine des compositions étudiées, la teneur en carbone et en azote n'a qu'une faible influence sur la cinétique des transformations qui se produisent au bord de l'échantillon. Une variation de la composition ne peut donc pas être efficace pour éliminer la chute superficielle de la microdureté. En revanche, la trempabilité du coeur est améliorée de façon sensible par un accroissement de la teneur en éléments d'insertion.

VI.3.2 Influence de la température d'austénitisation

Nous avons poursuivi cette étude à l'aide de l'alliage 4 pour lequel nous avons tracé deux nouvelles courbes TTT_c après austénitisation de 15 minutes à 850°C et 1000°C.

A ces courbes, il faut ajouter celle de la figure 39 qui correspond à la température d'austénitisation intermédiaire de 900°C.

Sur la figure 43, on observe que les diagrammes TTT_c obtenus après austénitisation à 850°C, ressemblent à ceux qui résultent d'un chauffage à 900°C. Le début de la transformation bainitique apparaît à 12 secondes au lieu de 16 secondes au bord de l'éprouvette. Pour les zones profondes, le nez de la bainite passe de 110 à 90 secondes.

La figure 44 représente les variations de la microdureté obtenues dans le cas de différents lois de refroidissement par trempe depuis 850°C.

La figure 45 relative à l'échantillon austénitisé à 1000°C, montre que cette fois la microdureté à 50 μm du bord est légèrement plus élevée que celle que l'on mesure à 250 μm .

On observe très près du bord une faible chute de dureté due vraisemblablement à la présence d'austénite retenue qui a pour origine l'accroissement de la concentration de l'austénite en interstitiels venant de la dissolution des carbonitrides (42, 43, 38).

Les micrographies de la figure 46 montrent que les zones profondes s'attaquent plus que les zones superficielles. Le refroidissement 4 conduit à une structure (micrographie a) où l'on observe une zone périphérique presque entièrement indemne de toute transformation. Le refroidissement 5 a conduit à un taux de transformation plus élevé (micrographie b). Pour le refroidissement 6 encore plus lent (micrographie c) la transformation est presque complète. Sur les deux micrographies b et c, on note sur les bords, la présence de zones qui sont encore martensitiques.

En réalité, les cinétiques de transformation des couches superficielles et du coeur sont très voisines et les observations réalisées n'ont permis de tracer, dans le cas de l'austénitisation à 1000°C, qu'une seule courbe TTT_c (figure 47).

0,58 < Carbone % < 0,69
0,23 < Azote % < 0,25

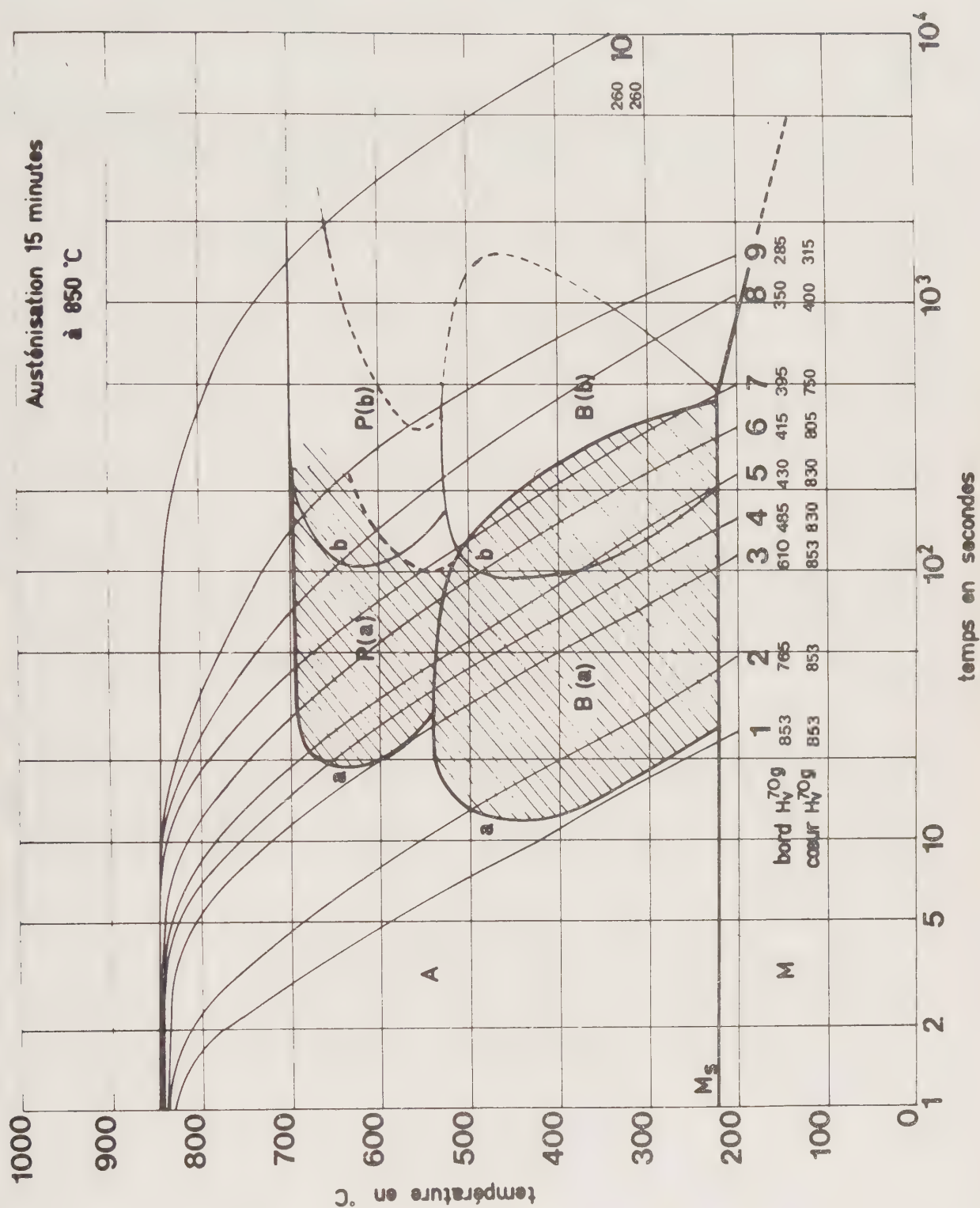


FIGURE 43

Courbes TTT_C de l'alliage n° 4
Austénitisation : 850 °C pendant 15 minutes.

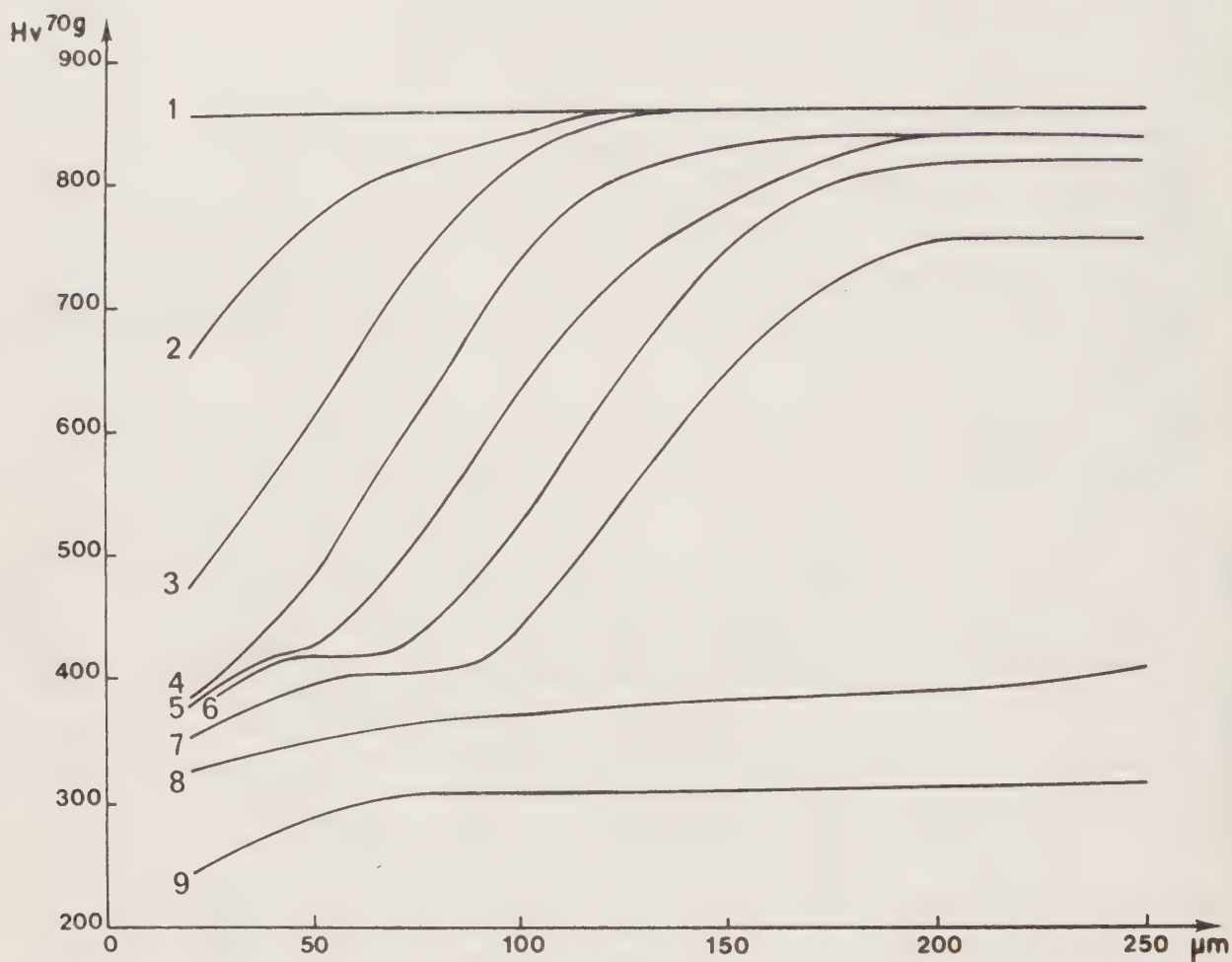


FIGURE 44

Courbes de variations de la dureté en fonction de la profondeur pour différents refroidissements de l'alliage n° 4

Austénitisation : 850°C pendant 15 minutes.

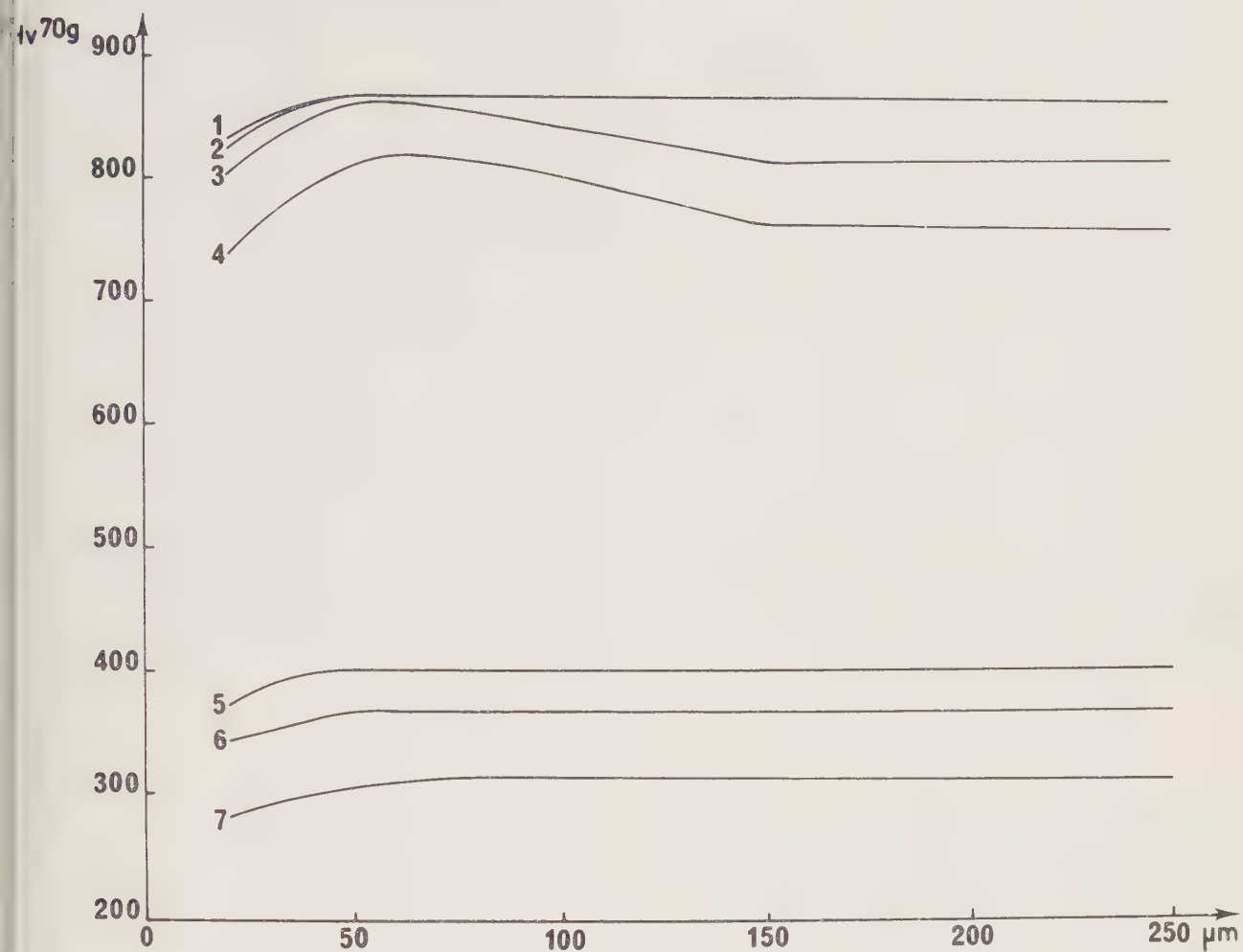


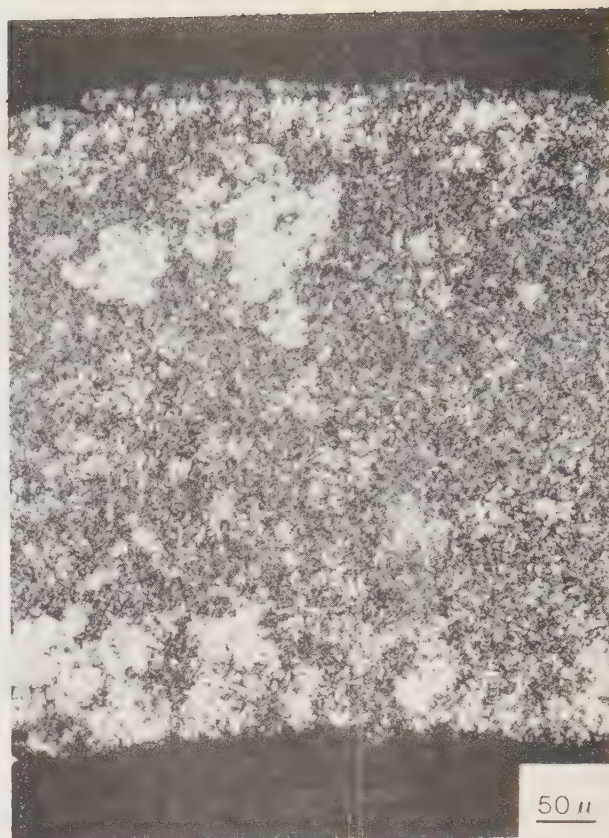
FIGURE 45

Courbes de variations de la dureté en fonction de la profondeur pour différents refroidissements de l'alliage n° 4

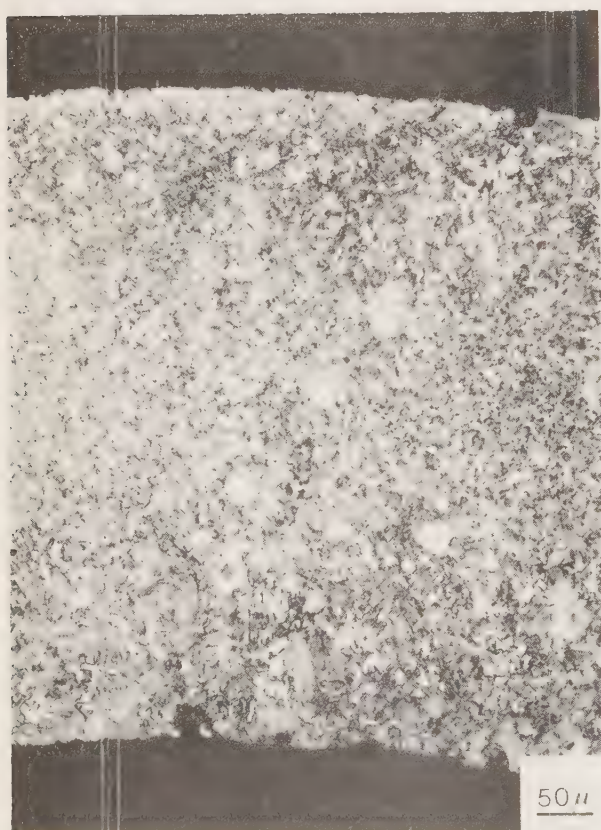
Austénitisation : 1000°C pendant 15 minutes.



a



b



c

FIGURE 46

Structures après refroidissement de l'alliage n° 4

a) Loi de refroidissement n° 4

b) Loi de refroidissement n° 5

c) Loi de refroidissement n° 6

Austénitisation : 1000°C pendant 15 mn.

0,08 < Carbone % < 0,09
0,23 < Azote % < 0,25

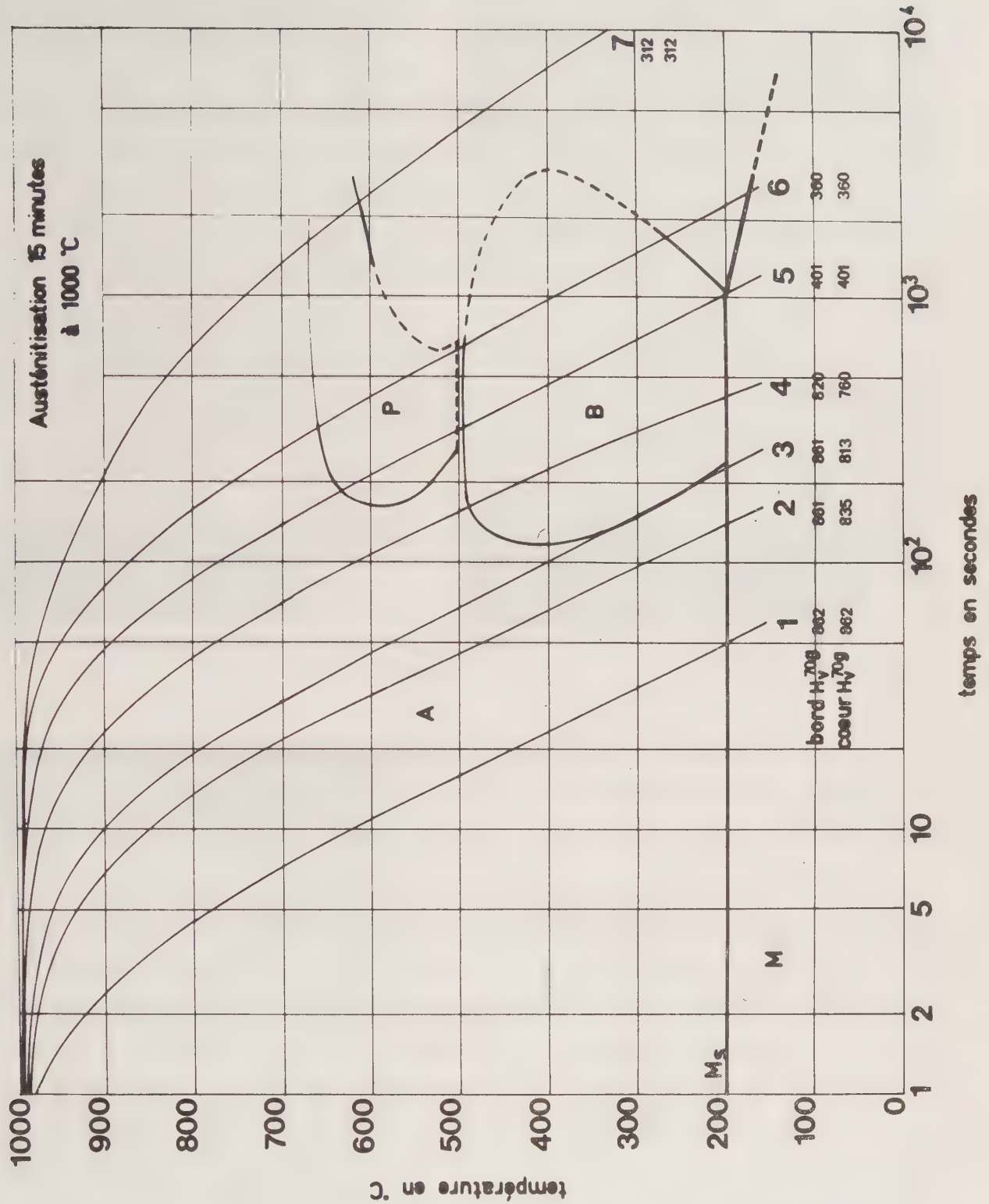


FIGURE 47

Courbes TTT_C de l'alliage n° 4
Austénitisation : 1000°C pendant 15 minutes.

Ces résultats font apparaître un fait nouveau : pour la première fois, l'ensemble de l'éprouvette se transforme sensiblement de la même façon. Le nez de la bainite se trouve à 120 secondes au bord comme au centre. La trempabilité des zones superficielles est, après austénitisation à 1000°C, supérieure à celle des zones profondes après austénitisation à 850°C ou 900°C.

Nous pouvons en conclure que jusqu'à 900°C, la température d'austénitisation n'a qu'assez peu d'influence sur la cinétique de transformation. En revanche, l'austénitisation à 1000°C permet d'éliminer complètement l'anomalie de dureté superficielle.

VI.3.3 Température du point M_s de début de la transformation martensitique

Nous avons mesuré la température du point M_s au cours de différents traitements.

Cependant, la courbe dilatométrique ne permet pas de savoir si la température du point M_s que l'on mesure, appartient au bord ou au coeur de l'échantillon.

C'est pourquoi nous avons observé par micrographie la zone où se produit en premier la transformation martensitique. Pour cela une éprouvette de l'alliage 3 est austénitisée à 900°C pendant 15 minutes, puis trempée à l'eau. Lorsque sur la courbe dilatométrique, apparaît la transformation martensitique, l'échantillon est plongé pendant 10 secondes dans un bain métallique réglé à 350° puis de nouveau trempé à l'eau. L'éprouvette est alors polie et attaquée au nital. La martensite revenue apparaît en sombre (*micrographie a de la figure 48*). On observe alors que c'est le coeur de l'échantillon qui se transforme en premier et qui présente donc la valeur la plus élevée de la température M_s .

La *micrographie b* montre la structure d'un échantillon qui a subi la même austénitisation mais dont le refroidissement a été effectué à l'air. La transformation bainitique ainsi que nous l'avons déjà montré, débute dans les zones périphériques.



a



b



c

FIGURE 48

Micrographies de l'alliage n° 3 ($G = 170$)

- a) Austénitisation à 900°C, suivie d'une trempe à l'eau et d'un revenu à 350°C lorsque la température devient légèrement inférieure à celle de M_s .*
- b) Austénitisation à 900°C suivie d'un refroidissement à l'air*
- c) Austénitisation à 1000°C, suivie d'une trempe à l'eau et d'un revenu à 350°C lorsque la température devient légèrement inférieure à celle de M_s .*

Ces résultats mettent en évidence que, si la trempabilité présente une anomalie, en ne variant pas comme la teneur en carbone et en azote, les variations de la température du point M_s sont normales puisque c'est la zone la plus pauvre en éléments d'insertion qui se transforme en premier.

Pour une température d'austénitisation de 1000°C (*micrographie c*), c'est également au centre de l'éprouvette que débute la transformation martensitique. Le taux d'avancement de la transformation y est plus grand que dans les zones superficielles.

Sur le tableau 9 nous indiquons la température de début de la transformation martensitique après austénitisation à 900°C , lorsque l'austénite n'a pas subi d'autres transformations pendant le refroidissement.

TABLEAU 9

Alliage	Température du point M_s
2	290°C
3	237°C
4	212°C
5	150°C

Sur le tableau 10, nous avons porté les températures du point M_s de l'alliage n° 4 pour les différentes températures d'austénitisation.

Ces résultats montrent que la température du point M_s diminue lorsque la température d'austénitisation s'élève et lorsque la teneur en éléments d'alliage s'accroît.

L'influence de la température d'austénitisation s'explique par la mise en solution des carbonitrures, mis en évidence par Lorenzo (44).

TABLEAU 10

Température d'austénitisation	Température du point M_s
850°C	225°C
900°C	212°C
1000°C	200°C

Il a montré qu'une austénitisation à 1100°C pendant 15 minutes conduit à leur dissolution totale. En prenant comme référence l'alliage n°4 austénitisé à 1000°C, nous avons calculé la température du point M_s pour les différentes nuances.

Pour cela, nous avons considéré qu'une variation de 0,1 % de la teneur en carbone (46) et de 0,1 % de la teneur en azote (45-38) produit respectivement une variation de 30°C et de 18°C de la température du point M_s .

Ces résultats sont reportés dans le tableau 11.

TABLEAU 11

Alliage	Température M_s mesurée	Température M_s calculée
2	290°C	286°C
3	237°C	234°C
4	212°C	200°C
5	150°C	135°C

Nous voyons que la température mesurée du point M_s est toujours supérieure à celle que nous avons calculée. Donc, le carbone et l'azote ne sont pas entièrement dissous dans la matrice. On peut en conclure que les carbonitrides des couches superficielles ne sont dissous que pour des températures d'austénitisation élevées.

VI.3.4 Conclusions

Nous avons recherché une interprétation de la chute de dureté dans les zones périphériques d'aciers au chrome carbonitrurés. Ce phénomène a été étudié par un certain nombre d'auteurs qui ont conclu à l'existence d'une oxydation interne apparue pendant la cémentation ou la carbonituration et qui engage l'élément d'alliage dans des oxydes insolubles (48-49-50-51). Dans ce cas, la chute de dureté n'intéresse qu'une faible épaisseur du métal, de l'ordre de 5 à 20 μm et ne suffit pas pour expliquer la baisse de trempabilité qui intéresse une plus grande profondeur.

Nous avons montré que l'anomalie superficielle de dureté dans les couches carbonitrurées est due à une trempabilité plus faible pour des zones superficielles que pour les zones plus profondes de l'échantillon alors que ces derniers sont moins riches en carbone et en azote.

Nous avons également mesuré l'influence des teneurs en carbone et en azote ainsi que celle de la température d'austénitisation.

Une étude parallèle, menée par A. Lorenzo (44), sur des aciers de synthèse ne contenant à la fois qu'un seul des éléments d'alliages tels que chrome, molybdène, nickel, manganèse et silicium, montre que la chute de trempabilité superficielle est liée à la formation de carbonitrides et ne se manifeste que dans le cas de l'alliage contenant du chrome.

Notre étude a montré qu'en pratique, pour obtenir une bonne dureté superficielle, sur des pièces carbonitrurées en acier dont l'élément d'alliage a une forte affinité pour l'azote, il est nécessaire d'avoir recours soit à des

vitesse de refroidissement très élevées, soit à des conditions d'austénitisation qui permettent d'atteindre une structure monophasée austénitique.

Cette bonne dureté superficielle peut également être obtenue en utilisant comme acier de carbonituration, un acier dont la trempabilité est améliorée par d'autres éléments que le chrome.

Ces résultats nous conduisent à proposer un schéma d'ensemble de ces phénomènes en tenant compte du fait que les austénitisations réalisées ne permettent pas d'atteindre l'état d'équilibre de l'alliage.

Nous traçons (*figure 49*) sur ce schéma d'une part les variations de la teneur en carbone et en azote le long d'une section de l'éprouvette et d'autre part la limite de solubilité de ces éléments à la température d'austénitisation utilisée.

La limite de solubilité peut occuper trois positions par rapport à la courbe de concentration en carbone et en azote.

Elle peut :

- 1 - être au-dessus de la courbe de distribution en carbone et en azote
- 2 - couper cette courbe de distribution
- 3 - être située au-dessous. Ce dernier cas ne sera pas envisagé car il ne semble pas être réalisé dans les conditions de composition et de températures étudiées.

La *figure 50* représente un exemple des profils de la teneur en carbone et en azote dissous dans la matrice austénitique en fonction de la profondeur, pour des températures d'austénitisation de 900°C et 1000°C.

La *figure 51* représente les variations de la teneur en chrome dans les mêmes conditions que précédemment.

A 1000°C, la limite de solubilité est située au-dessous de la courbe de distribution du carbone et de l'azote. Les carbonitrures sont donc dissous et la concentration en chrome est sensiblement la même dans toute l'éprouvette. Cependant la concentration en éléments interstitiels étant plus grande au bord de l'échantillon, il en résulte une trempabilité supérieure dans les zones superficielles.

La température du point M_s des zones profondes est nettement plus élevée que celle des zones superficielles.

A 900°C, la concentration en carbone et en azote du bord dépasse leur limite de solubilité dans l'austénite. La concentration de ces éléments en solution dans la matrice est donc plus importante au bord où elle est saturée que dans les zones profondes mais inversement la concentration en chrome dissous est plus faible dans les zones périphériques. En effet, une grande partie du chrome y est engagée sous forme de carbonitrures.

L'abaissement de la teneur en chrome et la présence de nombreux carbonitrures, qui jouent le rôle de germes pour la transformation de l'austénite, provoquent une baisse de la trempabilité du bord de l'échantillon. Dans les zones profondes, l'absence de carbonitrures et la plus forte teneur en chrome conduisent à une trempabilité plus élevée. C'est la moindre valeur de la teneur en carbone et en azote dans cette zone qui est responsable de l'élévation de la température du point M_s . On explique ainsi le fait d'apparence paradoxale que la zone la plus trempante présente la température M_s la plus élevée.

On peut également, à l'aide de ce schéma, interpréter le recul de la position du nez bainitique du bord lorsque la teneur en éléments d'insertion varie.

Pour l'alliage 2 (0,46 % de carbone et 0,13 % d'azote), où tout le chrome ne peut être engagé sous forme de carbonitrures, le nez bainitique est à 16 secondes mais il passe à 9 secondes dans le cas de l'alliage 3 (0,56 % de carbone et 0,21 % d'azote) où la quantité de chrome en solution diminue.

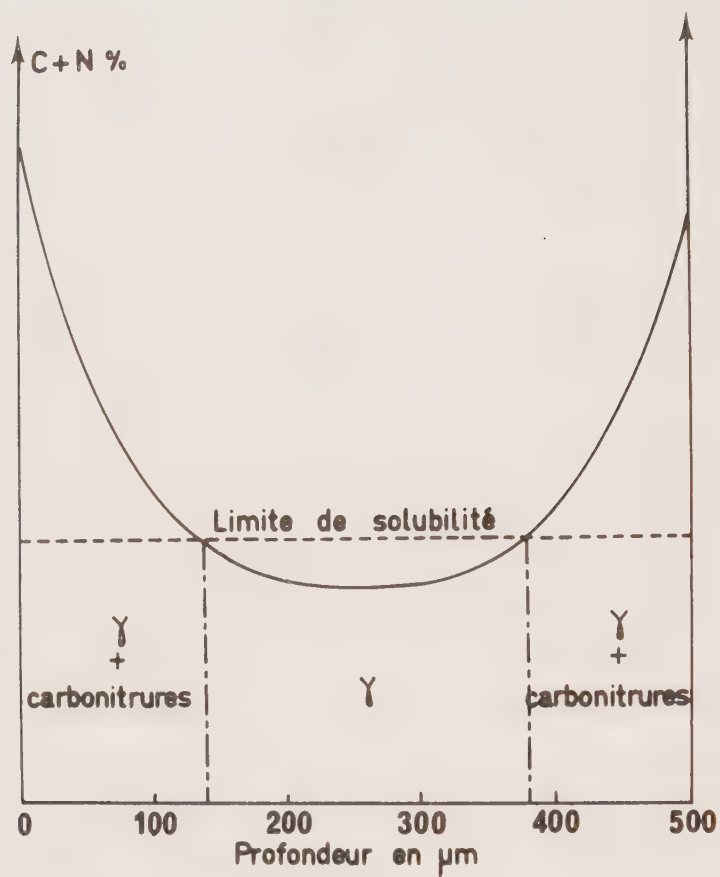


FIGURE 49

Profil de la teneur totale en carbone et en azote en fonction de la profondeur.

FIGURE 50

Profil de la teneur en carbone et en azote en solution dans la matrice

- à 1000°C (trait plein)
- à 900°C (trait en pointillés)

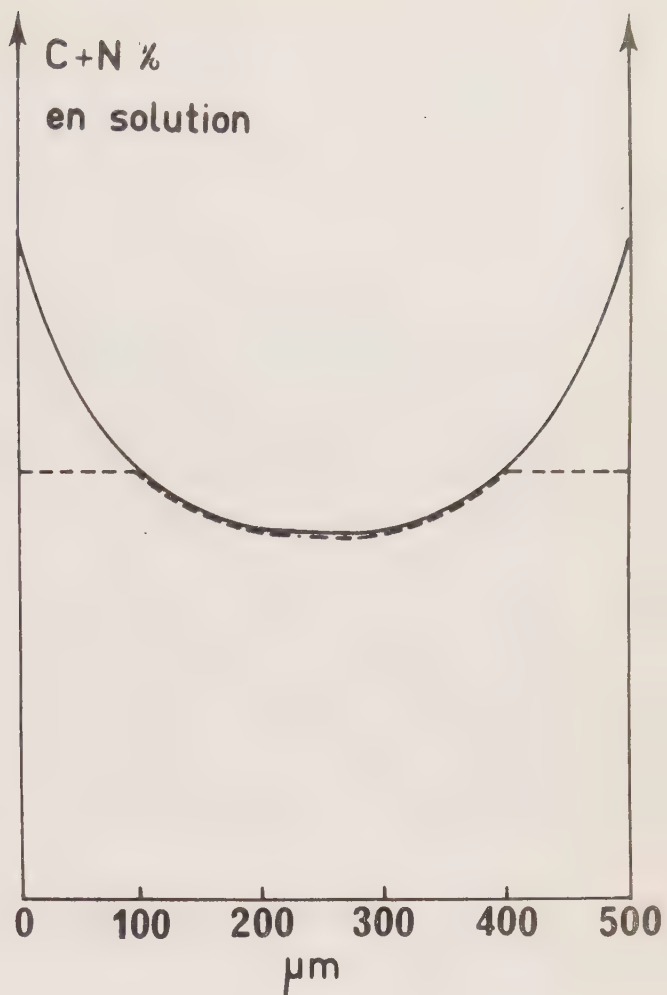
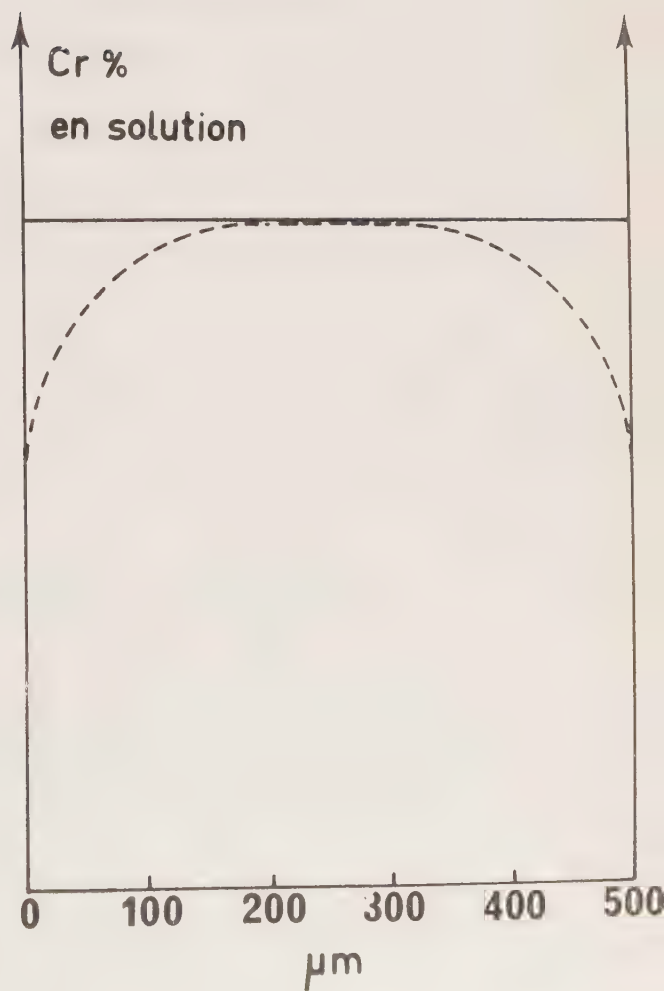


FIGURE 51

Profil de la teneur en chrome en solution dans la matrice

- à 1000°C (trait plein)
- à 900°C (trait en pointillés)



Pour les alliages 4 et 5 les plus riches en carbone et en azote, il n'y a plus de chrome disponible pour former des carbonitrures et les éléments en solution d'insertion passent en solution dans l'austénite dont ils augmentent la trempabilité. On observe qu'alors le nez bainitique passe à 16 secondes puis à 25 secondes.

La méthode dilatométrique a permis d'interpréter les anomalies de la cinétique des transformations de la surface des pièces traitées par carbonitruration. L'étude structurale des couches carbonitrurées et l'étude de leurs conditions d'équilibre poursuivie par A. Lorenzo, permettra de vérifier et de compléter l'interprétation que nous proposons.

VI.4 - CINETIQUE DE TRANSFORMATION DES COUCHES CARBONITRUREES EN TEMPERATURE

CONSTANTE

Nous avons effectué des dilatométries isothermes en vue de déterminer quelles sont les zones de l'échantillon qui provoquent les variations de longueur enregistrées.

D'une manière générale, c'est la zone qui subit en premier la transformation qui transmet ses variations de longueur à la tige-poussoir.

Dans le cas d'un acier homogène, la transformation affecte pratiquement simultanément tout l'échantillon. Ce n'est plus le cas des échantillons carbonitrurés où nous avons cherché à connaître les interactions entre les transformations et leur influence sur la courbe dilatométrique.

VI.4.1 Essai de séparation des cinétiques de transformations locales

VI.4.1.1 Forme des éprouvettes

Nous avons utilisé quatre types d'éprouvettes usinées différemment après carbonitruration, de manière à favoriser l'enregistrement des variations

de longueur de l'une des zones de l'éprouvette.

La forme des échantillons ainsi réalisés est représentée sur la figure 52.

- Le modèle 1 correspond aux échantillons utilisés normalement.
- Sur les éprouvettes du modèle 2, nous avons éliminé 100 μm sur l'alésage et sur l'extérieur. Dans ce cas, la zone affectée par la chute de trempabilité est totalement éliminée.
- Sur le modèle 3, le contact mécanique avec la tige-poussoir est assuré uniquement par la zone du bord.
- Sur le modèle 4, c'est le centre de l'éprouvette qui assure la transmission des variations de longueurs.

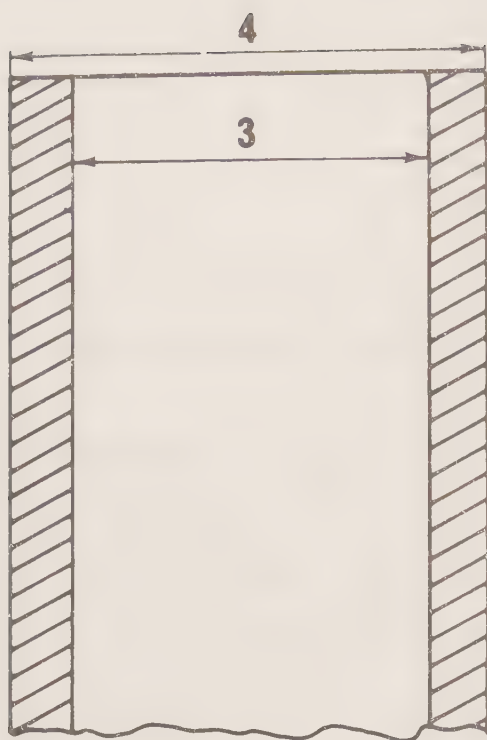
VI.4.1.2 Résultats

Nous avons effectué sur l'alliage 4, des dilatométries isothermes à 300°C après austénitisation à 900°C pendant 15 minutes.

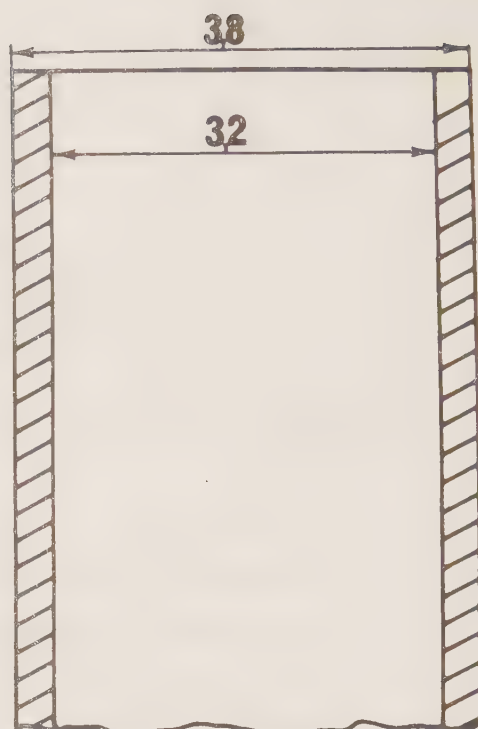
Sur le tableau 12, nous avons fait figurer les temps de début et de fin de transformation pour chaque type d'éprouvette.

TABLEAU 12

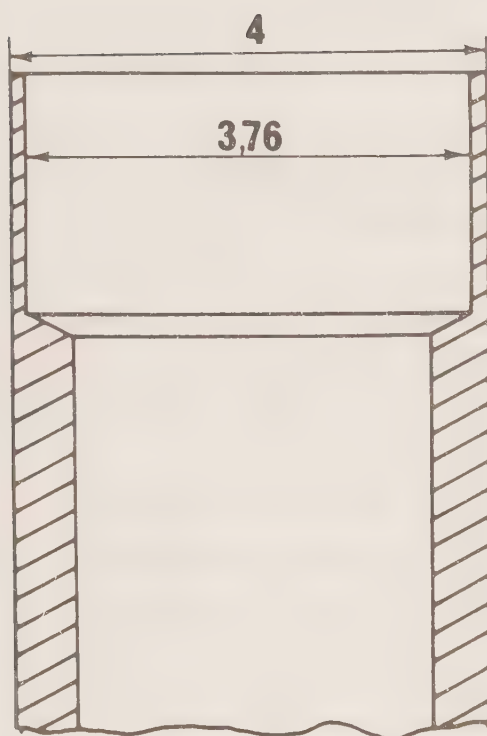
Eprouvette	Début de transformation	Fin de transformation
n° 1	386 s.	7580 s.
n° 2	630 s.	13000 s.
n° 3	370 s.	7000 s.
n° 4	400 s.	10250 s.



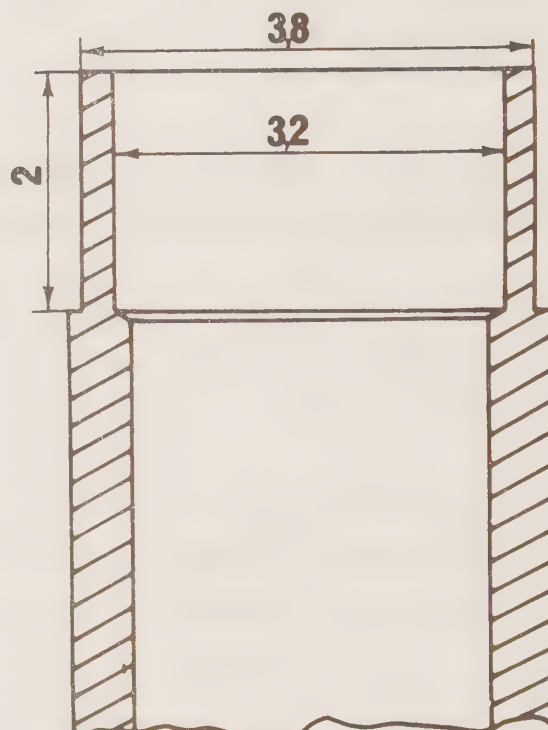
N° 1



N°2



N°3



N° 4

FIGURE 52

Forme des éprouvettes

Les résultats obtenus avec l'éprouvette n° 2 sont directement interprétables puisque la dilatométrie enregistrée ne peut être que celle du centre. La transformation débute à 630 secondes et se termine à 13000 secondes.

Dans le cas de l'éprouvette n° 1, le début et la fin de la transformation se produisent pour des temps plus courts, 386 et 7580 secondes. On observe donc l'influence du bord qui se transforme avant le centre.

Pour l'éprouvette n° 3, nous décelons la transformation du bord après un maintien plus bref (370 secondes) que dans le cas de l'éprouvette n°2.

Ces résultats vérifient bien que nous avons favorisé le repérage de la transformation du bord. Cependant, on ne peut affirmer que nous enregistrons la cinétique vraie des zones superficielles. En effet, on ne peut exclure que la fin de transformation de ces zones soit influencées par la progression de la transformation bainitique du coeur. En fait, cette influence doit être limitée car, lorsque le centre se transforme, le bord a perdu sa plasticité.

Le contact géométrique de l'éprouvette n° 4 avec la tige-poussoir, identique à celui de l'éprouvette n° 2, correspond à la zone centrale de l'échantillon.

Cependant, on observe que le début de transformation apparaît, pour des temps sensiblement identiques à ceux de l'éprouvette 1 et 3, plus tôt que pour l'éprouvette n° 2 (400 secondes contre 630 secondes).

Cet effet peut être dû à la déformation plastique de l'austénite non encore transformée sous l'effet de la dilatation produite par la transformation bainitique du bord.

La fin de transformation se produit au bout de 10250 secondes. Cette durée est intermédiaire entre les durées obtenues pour les échantillons 1 et 2, ce qui peut traduire que les contraintes de tractions induites par la

transformation du bord sur l'austénite de la zone centrale accélère sa cinétique de décomposition.

Cette analyse a permis de mesurer sans équivoque, la cinétique de transformation du centre de l'éprouvette. En revanche, nous n'avons pas pu isoler la cinétique de transformation du bord de l'échantillon qui ne peut être que plus rapide que celle que nous déterminons pour l'échantillon n° 1.

Ces résultats permettent également de penser que la fin de la transformation bainitique enregistrée dilatométriquement est légèrement en avance sur le phénomène réel.

VI.4.2 Tracé d'une courbe TTT isotherme

La courbe TTT_1 représentée à la figure 53 correspond à l'alliage n° 4 austénitisé à 900°C pendant 15 minutes.

En tenant compte des résultats précédents, le tracé de la courbe, à partir de la dilatométrie seule et avec des éprouvettes de type n° 1, ne peut être que global, c'est-à-dire que nous ne pouvons pas dissocier les phénomènes qui se produisent au bord de ceux qui se produisent au centre.

La courbe de début de transformation correspond sensiblement au début de décomposition de l'austénite des zones périphériques.

Les temps de fin de transformation mesurés sont probablement plus faibles que ceux des zones centrales.

Pour obtenir un tracé plus précis qui tienne compte des différentes zones de l'échantillon, il serait nécessaire d'effectuer conjointement à la dilatométrie, une observation micrographique sur des échantillons dont on interromprait le maintien par des trempes effectuées à intervalles de temps réguliers.

0,68 < Carbone % < 0,69
0,23 < Azote % < 0,25

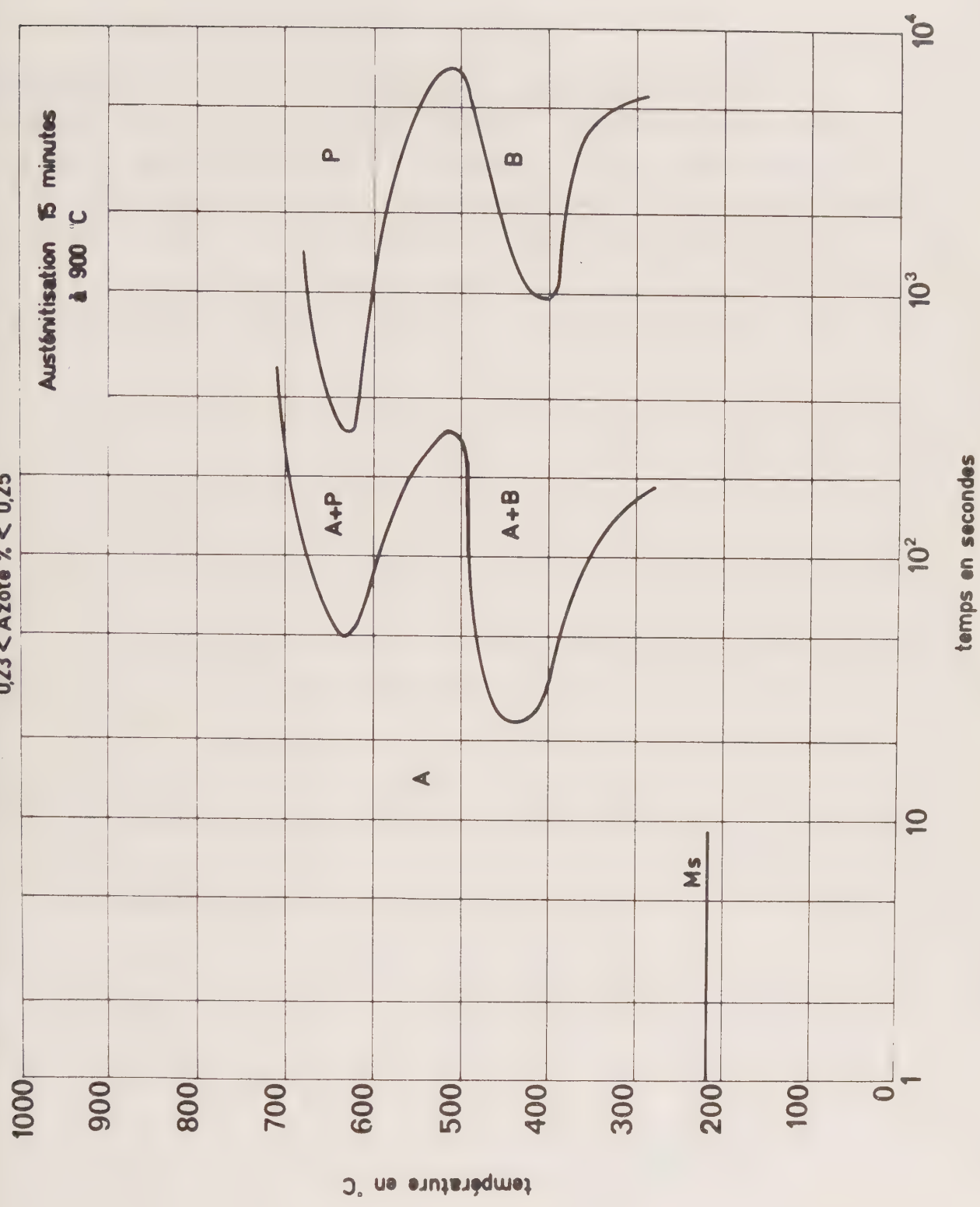


FIGURE 53

Courbes TTT isotherme de l'alliage n° 4
Austénitisation : 900°C pendant 15 minutes.

L'étude des transformations en régime isotherme est indispensable à la compréhension des mécanismes. Toutefois, dans le cas des couches carbonitrurées, qui présentent en plus d'un gradient de concentration, une anomalie de trempabilité, la juxtaposition de nombreuses cinétiques différentes rend difficilement utilisables les résultats expérimentaux sur le plan de l'interprétation des processus de transformation.

CONCLUSIONS

Le dilatomètre que nous avons construit présente à la fois des performances très élevées et une grande commodité d'emploi.

Les éléments sensibles, constitués par des capteurs inductifs de déplacement sont associés à un ensemble électronique de mesure et d'enregistrement qui permet le tracé soit des courbes de dilatométrie absolue, soit des courbes de dilatométrie différentielle. On parvient ainsi à une sensibilité qui peut être réglée de façon continue et atteindre des valeurs élevées.

Le traitement des échantillons dans le dilatomètre peut être effectué sous vide ou sous atmosphère neutre.

Les performances thermiques de ce système permettent de faire subir à l'éprouvette toute une gamme de refroidissements. Nous obtenons communément des vitesses de refroidissement de 75°C/s . avec les cannes en silice ; le système à étriers, d'un maniement plus délicat, permet d'atteindre des vitesses légèrement inférieures à 3000°C/s .

Notons que pour des vitesses aussi élevées, la précision sur la mesure de la température ne peut être excellente, elle est de $\pm 20^{\circ}\text{C}$. Cependant, pour une vitesse de refroidissement de 75°C/s . elle est de $\pm 2^{\circ}\text{C}$.

En ce qui concerne la mesure des longueurs, nous avons vérifié que la précision est de $2,5^{\circ}$ et la sensibilité d'environ $1\text{ }\mu\text{m}$.

Ces performances nous permettent, par exemple de déceler dans le cas de la transformation bainitique d'un acier, des variations du taux

d'avancement de 0,5 %.

Nous avons utilisé notre dilatomètre pour tracer les courbes TTT_c de couches carbonitrurées d'un acier au chrome. Ces couches présentent une anomalie de trempabilité pour les 100 μm extérieurs. L'étude fine que nous avons pu mener, nous a permis de tracer pour un même échantillon, deux courbes TTT_c , l'une pour les zones situées à moins de 100 μm du bord, l'autre pour les zones situées au delà de ces 100 μm . Les résultats obtenus ont permis d'expliquer l'anomalie de trempabilité par la présence dans l'austénite de carbonitrides de chrome très stables.

Nous avons également appliqué la méthode dilatométrique à la détermination des points M_s de début de transformation martensitique pour différents alliages et différents traitements.

C'est ainsi que dans le cas de l'austénitisation d'un acier au chrome, nous avons pu étudier la dissolution des carbures dans l'austénite en mettant en évidence le déplacement du point M_s .

Dans le cas d'un acier hypereutectoïde au chrome, nous avons montré l'influence d'un début de transformation bainitique sur la teneur en carbone de l'austénite non encore transformée. Nous observons dans ces conditions une remontée très sensible de la température du point M_s .

Grâce à la faible inertie du dilatomètre différentiel que nous avons construit, nous pouvons désormais étudier la cinétique de transformation en refroidissement continu d'alliages de faible trempabilité comme les aciers au carbone par exemple.

BIBLIOGRAPHIE

- (1) A. GRENINGER A. TROIANO *Trans. A.S.M. (1940) 28, 535 -574*
- (2) C.A. LIEDHOLM *Metal Progress (1944) 45, 94-9*
- (3) C. NAGLER, W.P. WOOD *Trans. ASM (1942) 30, 491-515*
- (4) R.D. CHAPMAN, W.E. JOMINY *Trans. ASM (1955) 47, 869-91*
- (5) K. ENDEL, W. STEGER *Arch. Eisenh. (1928) 1, 11, 721*
- (6) P. HIDNERT *J. Res. N.B.S (1933) 10 Res. Paper 515*
- (7) F.M. WALTERS, M. GENSAMER *Trans. Am. Soc. Steel Treect (1932) 19, 608-6*
- (8) S. MARK, R. EMANUELSON *Bull. Am. Ceram. Soc. (1958) 37, 4, 193*
- (9) G.E. MERRIT *Bureau of Standard J. of Res. (1933), 515, 59-76*
- (10) J. TERPESTRA *Sci. Res. (section B) 4, 19, 434-46*
- (11) P. CHEVENARD *Revue Métal. (1917) 14, 610-40*
- (12) BOLLRATH *Z. Metall. Kunde (1933) 25, 7, 163-5*
- (13) A.K. SINMA, R.A. BUCKLEY
W. HUMEROTHERY *J. Iron Steel Inst. (1967) 2, 191-5*
- (14) L.L. WYMAM *US At. Eng. Com. Rep. KAPL (1951) 654*
- (15) W.E. PRYTMERCH *J. of Sci. Inst. (1932) 9, 4, 128-31*
- (16) R. BIGOT *Bull. Soc. Chim. Fr. (1959) 10, 1446*
- (17) M. DEGOIS *Thèse, Nancy (1962)*
- (18) G. BECK *Thèse, Nancy (1968)*
- (19) P. VERNOTTE *Thermocinétique Publications scientifiques et techniques du Ministère de l'Air n° 224*
- (20) G. BERGER *La dilatométrie différentielle appliquée à l'étude des aciers Dunod*
- (21) A. KOHN *C.I.T. (1959) n° 8, 1819*
- (22) H.R. WOHRLE, W.R. CLOUGH
G.S. ANSELL *Trans. ASM (1965) 58, 784-803*
- (23) R.W. MESSLER Jr. G.S. ANSELL *Trans. ASM (1969) 62, 362-9*
I. LIZUNOV

- (24) G.S. ANSELL, S.J. DONACHIE
R.W. MESSLER Jr. *Trans. AIME* (1971), 2, 2443-9
- (25) A.E. NEHRENBERG *Trans. AIME* (1946), 167, 494-8
- (26) R.A. GRANGE *Trans. AIME* (1946), 167, 467-90
- (27) W. STEVEN, A.G. HAYNES *J.I.S.I.* (1956) 183, 349-59
- (28) K.W. ANDREWS *J.I.S.I.* (1965) 203, 721-7
- (29) S.G. GLOVER *J.I.S.I.* (1962) 198, 102-5
- (30) A. SIMON *Thèse, Nancy* (1972)
- (31) J.M. SCHISLER *Thèse, Nancy* (1972)
- (32) G. METAUER *Thèse, Nancy* (1972)
- (33) M.P. BRAUN, A.M. VLASOV *Metal.* (1940) 15, 32
- (34) J. POMEY, F. GOUTEL
A. VERAGEN, R. LEROUX *Rev. Métal.* 48, 9 (1951) 665
- (35) J. POMEY, R. COUDRAY J. MOULIN *Rev. Métal.* 48, 7 (1951) 552
- (36) B. PRENOSYL *C. Sc. Dissertation* (1955)
- (37) B. PRENOSYL *Hirtnické isty* 12 (1957) 4 289
- (38) B. PRENOSYL *Nitrocementace SNTL Prama* (1964)
- (39) B. PRENOSYL *Harterei Tech. Mitteil.* 21, (1966) heft 1
- (40) G. BECK, A. LALLEMANT, B. MIGNOT
A. SIMON *Harterei Kolloquium* (1972)
Harterei Tech. Mitteil. (sous presse)
- (41) B. MIGNOT, A. SIMON *C.R. Ac. Sc.* (1972) sous presse
- (42) H.L. FIEDLER, M.B. BEVER, C.F. FLOE *Trans. ASM* (1952) 44, 420
- (43) B. PRENOSYL *Materialovy Sbornik SVUMT* (1960) B1 37
- (44) A. LORENZO *Communication privée*
- (45) A.E. WEHRENBERG *Trans. AIME* (1946) 167, 494
- (46) M. COHEN *Trans. ASM* (1949) 41, 35
- (47) B. PRENOSYL *Kovove materialy* (1962), 1, 3, 376
- (48) A. HULTGREEN, E. HAGGLUND *Trans. ASM* (1947), 39, 820
- (49) C. ALBRECHT *Harterei Techn. Mitteil.* (1955) 9, 2
- (50) S.R. ROUZE, W.L. GRUBE *Metal Progress* (1960) 86
- (51) S. GUNNARSON *Metal treatment and Drop Frogin* (1963), 6, 219

ANNEXE

BIBLIOGRAPHIE : La conception et la construction de nouveaux types de dilatomètres de 1950 à 1972

- (1) P. CHEVENARD
Nouveau dilatomètre à enregistrement mécanique pour l'analyse physico-thermique des matériaux et la mesure de leur dilatabilité avec équipements pour l'étude de la trempe isotherme.
Rev. Métal. Fr. 1950. 47. 11. 805-16
- (2) C. SCHRECK
Die Messung der linearen Wärme dehnzahl von festen Körpern nach dem Kapazitätsverfahren
Arch. tech. Messen Dtsch. 1950. 173. V. 9211-2
- (3) J.C. TURNBULL
Recording dilatometer for measuring thermal expansion of solids
J. Amer. Ceram. Soc. 1950. 33. 2. 54-6
- (4) B.S. LEMENT, C.S. ROBERTS
B.L. AVERBACH
Determination of small thermal expansion coefficients by a micrometric dilatometer method.
Rev. Sci. Instrum. USA 1951. 22. 3. 194-6
- (5)
Volume dilatometry
J. Franklin Inst. USA 1951. 251. 2. 270-1
- (6) W.R. APBLETT, W.S. PELLINI
A recording dilatometer for high temperatures
Trans. Amer. Soc. metals 1952. 44. 1200-14
- (7) P.G. STRELKOV, G.J. KOSSUROV
B.N. SAMOJLOV
Dilatomètre pour échantillons de petites dimensions
Izvest. Akad. Nauk. SSSR Ser. fiz. 1953. 17
3. 383-8
- (8) F.G. HAYNES
Automatic recording of dilatometer measurement.
J. INST. Metals G.B. 1954. 83-4 193-6

- (9) A. PASCAL, L. VIRONNAUD
NGUYEN VAN THANH
Dilatometre à trépied optique
Ann. Inst. Tech. Bâtiment T. Public. Fr.
1954-78. 521-40
- (10) A. BAUDRAN
Dilatometre absolu enregistreur à haute température
Bull. Soc. Fr. Ceram. 1955 27 13-24
- (11) M.E. DOOLEY, D.F. ATKINS
Electronic vacuum dilatometer
Rev. Sci. instrum USA 1955 26 6 568-71
- (12) J. TERPSTRA
On optical dilatometer
Appl. Sci. Res. B. Netherl. (1955) 4, 6 434-46
- (13) A. FISCHER, K. MULLER
Ein einfaches Universal dilatometer
Sprechsaal. Keram. Glas. Email Dtsch
(1956), 89, 8, 158
- (14) J. HALL, H.M. KELLY HARRIS
An automatically recording thermal-expansion apparatus
J. Amer. Ceram. Soc. 1956, 39, 10, 344
- (15) W. HOFMANN, R. MULLER
Anwendung eines Dilatometer kurzer Messlänge zur Untersuchung von Umwandlungsvorgängen
Angew. Chem. Dtsch 1956, 68, 22, 7-12
- (16) W.L. KEYSER
Un nouvel outil de recherche : le dilatomètre auto-différentiel
Chim. et Indust. Fr. 1956, 76, 5 bis-106
- (17) S.P. HITOFF, J.A. PASK
A recording differential thermal expansion apparatus
Amer. Ceram. Soc. Bull. 1956 33, 10, 402-4
- (18) J.P. MULDER
De toepassing van de "Leitz" dilatometer volgens Bollenrath
Chem. Weekbl. Nederl. 1956, 52, 43, 781
- (19) P.G. STRELKOV
Sur la dilatométrie du corps solide et sur quelques unes de ses applications
Zh. neorg. Khim. SSSR 1956, 1, 6, 1350-7
- (20) O. WERNER
Über ein neues Dilatometer und seine Anwendung in der Metallkunde
Z. Metallkde. Dtsch. 1956, 1 -28-36
- (21) T. YAMAUCHI, H. SUZUKI
Dilatometre de haute température utilisant des tiges support en carbure de silice recristallisé
J. Ceram. Ass. Jap 1956 44, 721, 53-60

- (22) *Errors in the determination of thermal expansion*
J. Soc. Glass Technol. G.B. 1956, 40, 194, 70-82
- (23) P. HIDNERT, H.S. KRIDER
Thermal expansion
Amer. Inst. Phys. Handbook New-York 1957,
23,5 × 16, 4-51 - 4-64
- (24) W. HOFMANN, R. MULLER
Anwendung eines Dilatometers kurzer Messlänge
zur untersuchung von Umwandlungs vorgängen
Metallkde. Dtsch 1957, 48, 3, 104-8
- (25) W.L. KEYSER
Un nouvel outil de recherche : le dilatomètre
différentiel
Chim. Anal. Fr. 1957, 39, 6, 229-31
- (26) T. KISHII
Dilatomètre à enregistrement automatique pour
la mesure de la dilatation thermique du verre
J. Ceram. Ass. Jap. 1957, 65, 742, 269-72
- (27) P.G. STRELKOV, S.I. NOVIKOV
Dilatomètre à quartz pour basses températures
I Dilatation thermique du cuivre et de l'aluminium
Pribory Tekl. Eksper. SSSR, 1957, 5, 105-10
- (28) R.J. BEALS, J.H. LAUCHNER
A high temperature recording dilatometer
Amer. Ceram. Bull. Soc. 1958, 37, 11, 486-8
- (29) A.N. LJULICHEV, F.I. CHUPRININ, S.I. KOVALENKO
Appareil pour détermination du coeff. de dilatation thermique des matériaux réfractaires
Zavodsk. Lab. SSSR 1958, 24, 10, 1282-3
- (30) S.D. MARK, R.C. EMANUELSUN
A thermal expansion apparatus with a silicon carbide dilatometer for temperatures to 1500°C
Amer. Ceram. Soc. Bull. 1958, 37, 4, 193-6
- (31) R.S. MINC
Dilatomètre pour métaux et alliages
Zavodsk. Lab. SSSR. 1958, 24, 12, 1526-8
- (32) E.S. SORKIN
Nouvelle construction d'un dilatomètre
Steklo i. Keram. SSSR 1958, 15, 10, 40-2
- (33) N. HELMERT
Neues Differenzen-dilatometer mit Differentialtransformatoren als Geber
Phys. Verhandl. Dtsch 1959, 10, 4-6
- (34) M. GREEN, S.B. LEVIN
 I.N. GREENBERG
Recording interferometric dilatometer
Inst. Control. Syst. USA 1959, 32, 6, 882-5
- (35) J.H. PERCE, P.G. MARDON
Apparatus for combined thermal analysis and dilatometry
J. Sci. Instr. G.B. 1959, 36, 11, 457-60

- (36) D.M. VASIL'EV, A.K. TUMANOV *Dilatometre de précision à quartz*
Zavodsk. Lab. SSSR 1959, 25, 3-374-5
- (37) J. WEST *High temperature rotor bore dilatometer unit*
J.Sci Inshum. 1959, 36, 1-3
- (38) *Dilatometre pour essais sous vide*
Instrum. et Lab. Fr. 1959, 10, 17
- (39) A.A. BAUDRAN *Dilatometre absolu enregistreur à haute température en atmosphère contrôlée*
Silic. industr. Belg. 1960, 25, 9, 397-402
- (40) P. BONNET, G. CARAMEAU, G. MATHEY *Application du chauffage par bombardement électronique. Réalisation d'une machine de dureté à chaud sous vide et d'un dilatometre absolu à chauffage rapide*
Soc. Fr. Metal. J. Automne Paris 1960
21 x 13,5 n° 127
- (41) P. GREGOIRE, L. ESPAGNO, P. AZOU' P. BASTIEN *Etude et réalisation d'un dilatometre sous vide à amplification électronique*
Métaux Corros. Industr. 1960, 35, 421, 344-8
- (42) I.I. LIFANOV, P.G. STRELKOV *Dilatometre pour l'étude des matériaux poreux dans les conditions de t et d'humidité variables*
Pribery Tekl. Eksper SSSR 1960, 5, 76-80
- (43) *Neue Dilatometer*
Keram. Z. Dtsch 1960, 12, 7, 384-5
- (44) C.L. BELL *Automatic recording dilatometer*
J. Sci. Instr. G.B. 1961, 38, 1, 27-8
- (45) G. CIZERON *Quelques applications d'un nouveau dilatometre enregistreur à haute température (1500°C)*
Soc. Fr. Metal. J. Automne Paris 1961 n° 12
- (46) G.L. CUTLER *The universal precision dilatometer*
Inshrum. Control. Syst. USA 1961, 34, 8, 1471-3
- (47) A. ESENWEIN *Ein elektrisch registrierendes dilatometer*
Schweiz. Arch. angew. Wissinsch Tech. 1961
27, 4, 161-3
- (48) E.H. FONTANA *A simplified thermal expansion apparatus*
Amer. Ceram. Soc. Bull. 1961, 40, 9, 597

- (49) V.S. GUMENJUK
Dilatometre à contact à vide
Pribory Tekl. Eksper SSSR 1961, 6, 4, 101-3
- (50) A. METZ
Ein neues Universal Dilatometer nach Bollenrath
Arch. Tech. Messen Dtsch 1961, 303, R 61, R 65
- (51) G. RUFFINO
An interferometric dilatometer with electronic fringe counter
Acta Imeko C.R. 2ème conf. International. Mesure
Budapest 1961, 179-96
- (52) JU.Z BORKOVSKIJ, S. NEKRASOVA
Perfectionnement du procédé d'enregistrement du temps et de la t dans le dilatomètre différentiel avec inscription optique
Akad. Nauk. Ukrain SSR Trudy Inst. Chen. Metal 1962, 18-92-4
- (53) V.E. VOTTOM
Fahy -Perot dilatometer
Texas J. Sci. 1962, 14, 4, 402-3
- (54) M. BRANCHEREAU, M. NAVEZ
M. PERROUX
Dilatometre industriel de précision
Verres et Refract. Fr. 1962, 16, 3, 159-67
- (55) G. CIZERON
Dilatométrie
Tech. Ingr. Mesures et Anal. Paris 1962, 870
- (56) M. DEGOIS, R. FAIVRE
Détermination par dilatométrie isotherme des courbes de début et de fin de transformation d'alliages uranium-chrome trempés depuis le domaine bêta
C.R. Ac. Sc. Fr. 1962, 255, 23, 3185-6
- (57) R.J. EDWARDS, W.J. KITCHINGMAN
A high speed automatic recording dilatometer
J. Sci. Instr. G.B. 1962, 89, 8, 438
- (58) E.H. FONTANA
Simplified thermal expansion apparatus
Amer. Ceram. Soc. Bull. 1962, 41, 8, 516-8
- (59) J.J. HUET, P. JENENSON
H. MASSAUX, D. QUATAERT
Opération d'un appareil sous vide destiné à enregistrer des courbes TTT par dilatométrie et résistivité
Journées métal. Automne Paris 1962 n° 24
- (60) M. KLEMM, K. WIEGMANN
Zur Eichung des Leitz Dilatometers nach Bollenrath
Exper. Tech. Phys. Dtsch 1962, 10-5 363-72
- (61) K.N. PREECE
An automatic dilatometer usable up to 1500°C in controlled atmospheres
Spec. Ceram. Proc. Symp. Stoke on Freut 1962
Acad. Press 1963 281-91
- (62) V.E. MIKRJUKOV, I.K. KAMILOV
Installation pour la mesure de la dilatation thermique des corps solides dans l'intervalle 20-1000°C
Pribor. Tekl. Eksper SSSR 1962, 7, 3, 173-5

- (63) G. RUFFINO *A recording dilatometer and measurement of thermal expansion coefficient of poly (methyl methacrylate) (lucite) between 90°K and 273°K*
Progr. internat. Res. Thermod. Transf. Propert. 2 Symp. London Acad. Press 1962, 185-92
- (64) J.L. VERHAEGHE, G.G. ROBBRECHT
E. VAN OUTRYVE *Construction d'un dilatomètre de haute précision. La dilatation du cuivre*
J. Phys. Radium Fr. 1962 23, 6, 109 A
- (65) *Dilatometer*
Rev. Sci. Instrum. USA 1962, 33, 8, 891
- (66) J. BARFORD *An automatic recording differential dilatometer*
J. Sci. Instrum. G.B 1963, 40, 8, 444-5
- (67) R. BOWLES, B. SUGARMAN *An automatic recording dilatometer*
J. Sci. Instrum. G.B. 1963, 40, 3, 117-20
- (68) G. CIZERON *Quelques applications d'un nouveau dilatomètre enregistreur à haute température*
Mém. Sci. Rev. Metal Fr. 1963, 60, 3, 195-208
- (69) G.G. MATTHEWS, I.H.R. SATTERTHWAITE, C. CAMERON *A versatile silica dilatometer*
J. Sci. Instrum. G.B. 1963, 40, 1 42-3
- (70) J. NEDOMA *Dylatometr rtéciowy do pomiaru zmian objetosci cial stalych*
Zesz. nauk. Akad. Gorn. hutn. Krakour 1963, 54 123-31
- (71) I.M. OTCHENASHENKO, V.M. NEJMARK
N.K. ERMILOV, B.N. EGOROV *Microdilatomètre pour étude des transformations de phases*
Zavodsk. Lab. SSSR 1963 29, 1 a 1260-1
- (72) P.T.B. SHAFFER, S.D. MARK *Inert. atmosphere dilatometer for use to 2000°C*
J. Amer. Ceram. Soc. 1963, 46, 2, 104-6
- (73) S.V. SHULEPOV, M.N. DORZHIEV
V.N. PLECHEV *Dilatomètre pour l'étude de la dilatation thermique du graphite*
Zavodsk. Lab. SSSR 1963, 29, 5, 624-5
- (74) G.S. BERLINE *Un nouveau microdilatomètre mécanotronique*
Microtecnic. Suisse 1964, 18, 6, 340-2
- (75) V.E. BOTTOM *Fahy Perot Dilatometer*
Rev. Sci. Instrum. USA 1964, 35, 3, 374-6
- (76) L.H. COOK *Expansion indicator*
Rev. Sci. Instrum. 1964, 35, 6, 758-9

- (77) W. HELMERT
Über einen Versuch, Dilatometer sehr unterschiedlicher Bauart und Wirkungsweise untereinander zu vergleichen
Phys. Verh. Dtsch 1964 15, 6, 8, 176-7
- (78) G. KEIL
Das thermische Dilatometer seine Anwendung in Technik und Forschung
Keram. Dtsch. 1964, 16, 11, 717-9
- (79) J. RENARD
Dilatometre de contrôle pour l'intervalle de température de + 40°C à - 40°C
Act. IX congr. Intern. Ceram. Bruxelles 1964 471-80
- (80) J.M. SHAPIRO, D.R. TAYLOR
G.M. GRAHAM
A sensitive dilatometer for use at low temperatures
Canad. J. Phys. 1964, 42, 5, 835-47
- (81) A.K. SHURIN
Dilatometre différentiel de haute sensibilité avec chauffe dans un milieu inerte
Akad. Nauk Ukrain. SSR sbor. nauch. Rab. Inst. Metallofiz. 1964, 18, 222-5
- (82) G. BERGER
La dilatométrie différentielle appliquée à l'étude des aciers
Paris, Dunod, 1965 XIV, 132 pages
- (83) K. BOKE, L. GRIMM
Chem. Ingr. Tech. Dtsch. 1965, 37, 2, 156
Dilatometer für einen Temperaturbereich von - 20°C bis + 70°C
- (84) JU.Z BORKOVSKIJ, V.V. PARVSOV
Dilatometre sans inertie pour l'enregistrement des processus rapides dans les métaux et alliages
Zavodsk. Lab. SSSR 1965, 31, 6, 749-50
- (85) G.R. HYDE, L.P. DOMINGUES
L.R. FURLONG
Improved dilatometer
Rev. Sc. Instrum. USA 1965, 36, 2, 204-5
- (86) I.V. KONJUKH, M.P. ZABUGINA
G.V. VINOGRADOV
Dilatometre pour les polymères
Zavodsk. Lab. SSSR 1965, 31, 1, 123-4
- (87) N. LAMBERT, M. ECONOMOPOULOS
Mise au point d'un dilatomètre différentiel de grande sensibilité
C.N. Rech. Métal. Belg. 1965, 5, 65-72
- (88) A.A. Mc FARLANE
A Fizeau dilatometer for irradiated specimens
J. Sci. Instrum. G.B. 1965, 42, 1, 24-7
- (89)
Formaston F speedo up development of new types an steels
Iron Steel Eng. USA 1965, 42, 6, 204-7

- (90) E.I. ESTRIN *Dilatometre avec capteur inductif pour l'étude des transformations des phases*
Zavodsk. Lab. SSSR 1966, 32, 3, 868-70
- (91) F. PAULIK *Dilatometric studies by means of the derivatograph*
Conf. Appl. Phys. Chem. Methods in Chem. Anal Budapest 1966, 333-8
- (92) P.G. STRELKOV, I.I. LIFANOV
N.G. SHERSTJUKOV *Sur le problème de l'unification des mesures dilatométriques en URSS dans le domaine des températures de 0 à 900°C. Méthode de vérification des dilatomètres et de traitement des données expérimentales*
Izmeritel tekhn. SSSR 1966, 6, 3-5
1966, 7, 8-11
- (93) P.N. V'JUGOV, V.S. GUMENJUK *Dilatometre à haute t avec chauffage de l'échantillon par un courant*
Teplofiz. vys. Temper. SSSR 1966, 4, 3-457-9
- (94) P. WAGNER, A.L. GONZALES, R.C.
MINOR, P.E. ARMSTRONG *Low cost automatic quartz dilatometer*
Rev. Sci. Instrum. USA 1966, 37, 2, 180-2
- (95) JA.S. AGRANOVICH *Dilatometre différentiel pour l'intervalle des t 10-300°C*
Izmeritel Tekhn. SSSR 1967, 10, 88-9
- (96) D. BOENISCH *Method and apparatus for determining the thermal expansion of materials*
U.S. 3, 295, 358, CI 73-16 1967
- (97) J.F. ECKEL *Dilatometer to measure length changes in stressed specimens*
Mater. Res. Stand. USA 1967, 7, 6, 251-3
- (98) JA.A. KRAFTMAKHER *Schéma de compensation pour les mesures de coef- de dilatation thermique*
P.M.T.F. SSSR 1967, 4, 143-4
- (99) V.M. LEVIN *Sur les coefficients de dilatation thermique des matériaux hétérogènes*
Inzhener. Zh. Mekh. Iverd. Tela SSSR 1967, 1
88-94
- (100) A. METZ *Das Dilatometer nach Böhlenrath und seine Anwendung*
Prakt. Metallogr. Dtsch. 1967, 4, 7, 327-41
- (101) A.P. NASEKOVSKIY *Mesure de la température à l'aide de la transformation capacitive de la dilatation thermique des métaux*
Izmeritel Tekhn SSSR 1967, 2, 84-6

- (102) W. RIEBISCH
Untersuchung der Möglichkeiten zur Entwicklung eines Dilatometers mit verringerter Messunsicherheit
Silikatechnik Dtsch 1967, 18, 12, 395-9
- (103) P. THORMANN, P. BUCHMAYER
Nouveau dilatomètre vertical fonctionnant jusqu'à 1600°C
Tonindustr. Ztg. Dtsch 1967, 91, 6, 218-20
- (104) W.G. ANDERSON
Filament dilatometer
Rev. Sci. Instrum. USA 1968, 39, 7, 1064-6
- (105) P.M. JOHNSON, R.L. LINCOLN
Development of a high temperature interferometric dilatometer using a laser light source
U.S. Dept. Inter. Bur. 1968, n° 7142, 13
- (106) R.I. MAZO
Méthode de construction automatique des caractéristiques thermiques du coefficient réel de dilatation thermique
Ognenpory SSSR 1968, 33, 1, 16-9
- (107) G. PETIT, L. DENIELOU
Etude dilatométrique du liquide salin à haute température. Description de l'appareillage
Rev. Intern. hautes températures Refract. Fr. 1968, 5, 1, 13-8
- (108) H.A. SAUER
Experimental automatic recording dilatometer for thermal expansion and shrinkage studies over the temperature range - 150 to + 1500°C
Rev. Sci. Instrum. USA 1968, 39, 4, 562
- (109) V.S. BATALOV
Application de la dilatométrie à la détermination du coefficient de transfert de chaleur entre surface et milieu
Inzhener. fiz. Zh. belows SSSR 1969, 17, 1, 164-7
- (110) L. GAAL
Quartz pedestal dilatometer
Temp. Measur. Soc. 6th Conf. Hawthorne Calif. 1969, *Sl. Temp. Measur. Soc.* 1969,
- (111) J.F. KOS, J.L.G. LAMARCHE
Thermal expansion of the noble metals below 15°K
Canad. J. Phys. 1969, 47, 22, 2509-18
- (112) P.D. PATHAK, M.C. GUPTA
J.M. TRIVEDI
Recording instrument for measurement of thermal expansion
Indian J. Phys. 1969, 43, 2, 104-7
- (113) A. THORMANN
Dilatometer untersuchungen auf dem Gebiet der keramischen Roh und Werkstoffe
Ber. Dtsch. keram. Gesellsch. 1969, 46, 11, 583-6

- (114) L.G. TURNBULL
Au instrument for measuring the coefficient of linear expansion of long metal bars
J. Sci. Instrum. G.B 1969, 2, 11, 991-3
- (115) J. VALENTICH
Thermal expansion measurement
Instrum. Control. Syst. USA 1969, 42, 10, 91-4
- (116) L. ETTER
A compact high temperature dilatometer
Rev. Sci. Instrum. USA 1970, 41-7 - 1026-8
- (117) PAVESE F. F. RIGHINI
G. RUFFINO
Push rod dilatometer with interferometric transducer and the thermal expansion of copper
Rev. Int. hautes tempér. refr. Fr. 1970, 3, 252-6
- (118) S. PEAR
Thermal expansion : a review of test methods standards and data availability
J. Appl. Phys. USA 1970, 41, 13, 5103
- (119) F.N.D.D. PEREIRA, C.H. BARNES
G.M. GRAHAM
Sensitive dilatometer for low temperature and the thermal expansion of copper below 10°K
J. Appl. Phys. USA 1970, 41, 13, 5050-4
- (120) F. RICHTER
Ein kontinuierlich registrierende vertikal-dilatometer bis 1600°C
Z. Angew. phys. Dtsch 1970, 29, 6, 367-72
- (121) R.R. TUMMALA, A.L. FRIEBERG
Thermal expansion of composites as affected by the matrix
J. Amer. Ceram. Soc. USA 1970, 53, 7, 376-80
- (122) S. WEISENBURGER
Analysis of push-rod dilatometer measurement
Rev. Int. Hautes Temp. Refr. Fr. 1970, 1971, 4, 410-5
- (123) D.A. MILLER, J.W. KAUFFMANN
C.R. KANNEWURF, R.A. ARNDT
High resolution capacitance dilatometer for use with small organic crystals
Rev. Sci. Instrum. USA 1971, 42, 1, 155-6
- (124) R.A. SCHOENLAUB
Problem solving with the dilatometer
Ceram. Age USA 1971, 87, 10, 22, 3, 26-30
- (125) V.V. ZHDANOVA, S.A. ZAJCEV
V.I. POGODIN, V.S. SAMUJLIKOVICH
V.P. SERGEEV
Dilatometre galvanométrique
Pribery Tekh. Eksper SSSR 1971, 4, 243-4

NOM DE L'ETUDIANT : MIGNOT Bernard

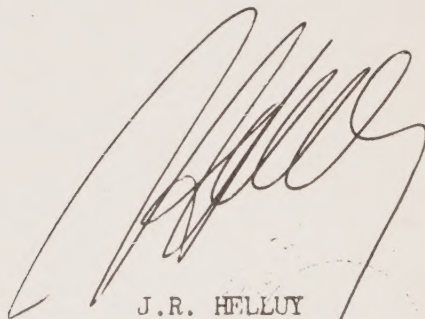
Nature de la thèse : Doctorat ès Sciences Appliquées

Vu, Approuvé

et permis d'imprimer

NANCY, le 22.12.1972

Le Président du Conseil de l'Université de NANCY I



J.R. HELLUY

